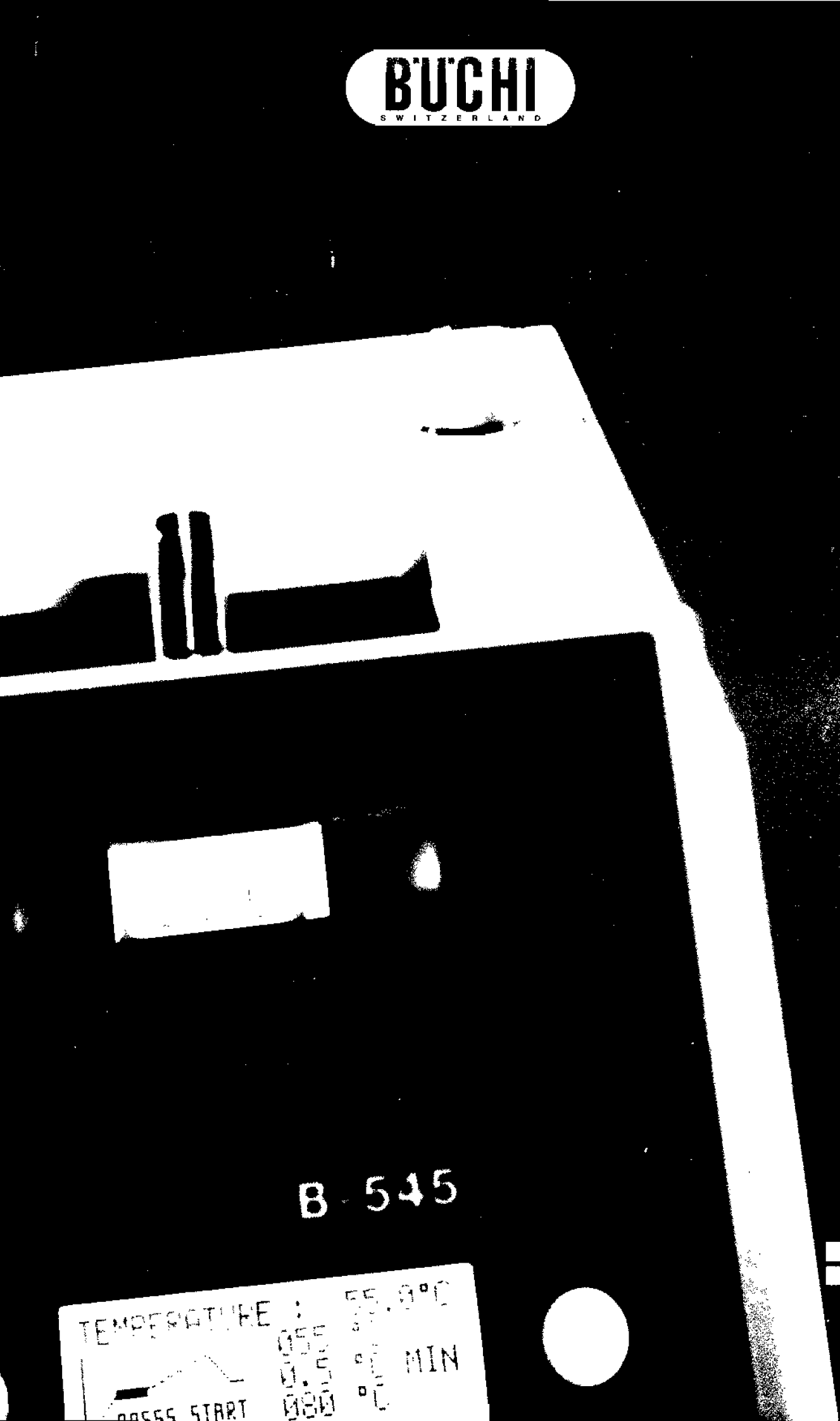
BÜCHI
SWITZERLAND



BÜCHI Melting Point B-545

Inhaltsverzeichnis

1	**Lieferumfang**	**2**
2	**Sicherheit**	**4**
3	**Funktion**	**6**
4	**Inbetriebnahme**	**7**
5	**Bedienung**	**9**
5.1	Steuerungs-, Bedienungs- und Anzeigeelemente	9
5.2.	Bedienungsstruktur der Menüs	10
5.3.	Begriffsdefinition der Displays	10
5.4	Probenvorbereitung	12
5.5	Bestimmung des Schmelzpunkts/-bereichs	12
5.5.1	Festlegen des SETPOINT	15
5.5.2	Festlegen des GRADIENT (Temperaturanstieg)	16
5.5.3	Festlegen des MAXPOINT	17
5.6	Programmverwaltung	18
5.6.1	Zuordnung einer Probenidentifikation	18
5.6.2	Speichern von Programmen	19
5.6.3	Aufrufen von abgespeicherten Programmen	20
5.6.4	Löschen von abgespeicherten Programmen	21
5.6.5	Drucken von Resultaten	22
5.7	Durchführung einer Bestimmung	23
5.7.1	Substanz mit bekanntem Schmelzpunkt/-bereich	23
5.7.2	Substanz mit unbekanntem Schmelzpunkt/-bereich	25
5.7.3	Änderungen der Parameter während einer Bestimmung	29
5.8	Siedepunktbestimmung	31
5.9	Gerätekonfiguration	32
5.10	Fehlerbehebung	38
6	**Wartung**	**39**
6.1	Reinigung	39
6.2	Unterhalt	39
6.3	Kalibration des Gerätes mit Eichsubstanzen	41
6.4	Kundendienst	45
7	**Ausserbetriebnahme**	**46**
8	**Ersatzteile**	**47**
9	**Anhang**	**48**
9.1	Anschluss einer Tastatur	48
9.2	Anschluss eines Druckers	48
9.3	Schnittstellenkonfiguration	48
9.4	Menü-Baum	49
9.5	Print-Out	53
9.5.1	Print-Out einer Schmelzpunktbestimmung	53
9.5.2	Print-Out elner Bestimmung des Schmelzbereichs	54
9.6	Fehlermeldungen	55
9.7	Technische Daten	55
9.8	Verwendete Materialien	56
9.9	Konformitätserklärung	57

Lesen Sie diese Betriebsanleitung gründlich durch, bevor Sie das Schmelzpunktgerät **BÜCHI** Melting Point **B-545** verwenden. Bewahren Sie diese Anleitung in unmittelbarer Nähe des Gerätes auf, damit jederzeit darauf zurückgegriffen werden kann.

Kapitel 2 enthält wichtige Sicherheitshinweise. Die Kenntnisnahme ist für den sicheren Betrieb des Schmelzpunktgerätes unerlässlich.

Technische Änderungen ohne vorherige Anzeige sind vorbehalten. Ohne schriftliche Zustimmung der Firma Büchi Labortechnik AG dürfen keine Teile dieser Betriebsanleitung in irgendeiner Form reproduziert oder unter Anwendung elektronischer oder optischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden. Alle Rechte sind vorbehalten.
Copyright © Büchi Labortechnik AG 1995, 2000, 2001

de, Version F (58 Seiten)	**Bestell-Nr.**
B-545 Betriebsanleitung	**96630**

1 Lieferumfang

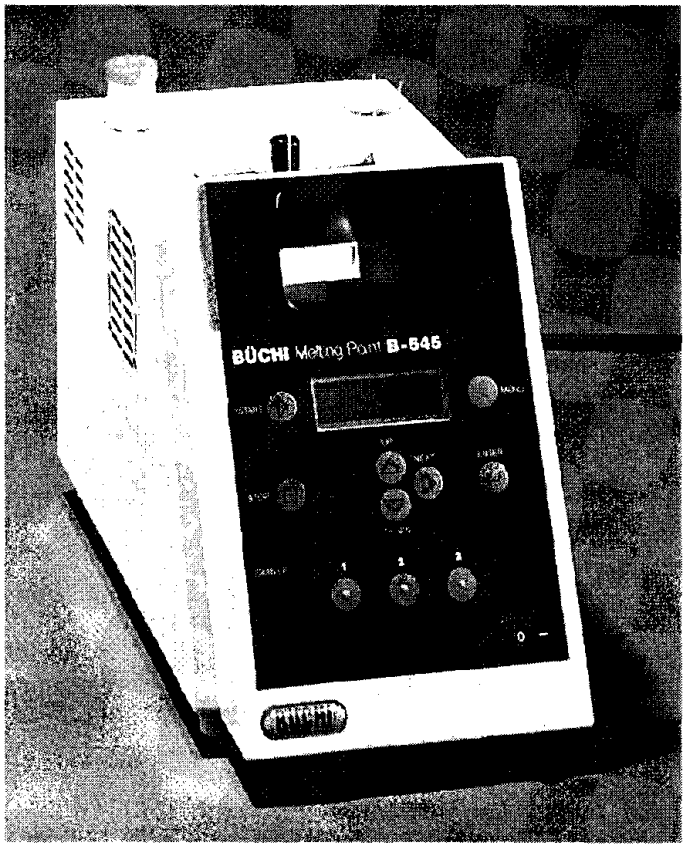


Bild 1: Gesamtansicht

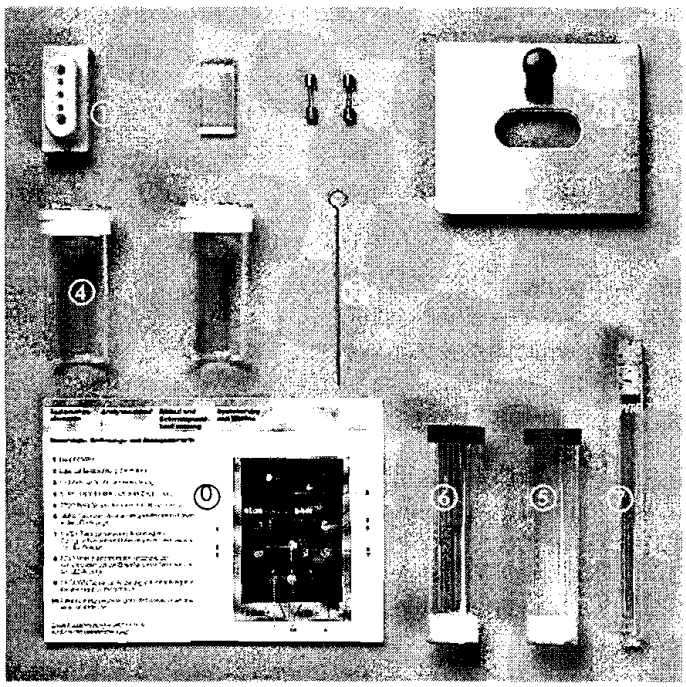


Bild 2: Zubehör

Bezeichnung

Gerätevarianten:	**Bestell-Nr.**
Schmelzpunktgerät B-545, 220 –230 V, 50 oder 60 Hz	**36408**
Schmelzpunktgerät B-545, 100–120 V, 50 oder 60 Hz	**36582**

Tabelle 1: Gerätevarianten

Beipackteile:	
① 1 Ofen-Oberteil aus Keramik	**34564**
② 1 Glasscheibe	**34236**
③ 1 Metalldeckel für Heizbereich	**36569**
④ 2 Probenhalter aus Glas	**36110**
⑤ 1 Set à 100 Schmelzpunktröhrchen	**17808**
⑥ 1 Set à 10 Siedepunktröhrchen	**19697**
⑦ 1 Set à 10 Siedepunktkapillaren	**19698**
⑧ 2 Ersatzsicherungen für 230 V	**01657**
2 Ersatzsicherungen für 120 V	**02998**
1 Netzkabel PNE, 1,0 m:	
Typ CH	**10010**
Typ Schuko	**10016**
Typ GB	**17835**
Typ USA	**10020**
Typ AUS	**17836**
1 Kapillarenhalter aus Kunststoff	**36629**
⑨ 1 Kurzbedienungsanleitung:	
Deutsch	**96635**
0 Englisch	**96636**
Französisch	**96661**
⑩ 2 Stopfdrähte	**36721**
1 Schutzhülle	**36625**
1 Betriebsanleitung	
Deutsch	**96630**
Englisch	**96631**
Französich	**96632**
Italienisch	**96633**
Spanisch	**96634**
1 Verpackung	
1 Büchi Zertifikat für Werkskalibrierung	**97722**
1 Set Kalibriersubstanzen beinhaltend: je 1 Gramm Vanillin/Phenazetin/Koffein mit Zertifikat	**37454**

Tabelle 2: Beipackteile

Fakultatives Zubehör:

1	Tastatur zur vereinfachten Probenbezeichnung	
	Schweizer Tastaturbelegung	**29599**
	USA Tastaturbelegung	**29548**
1	Drucker zur Dokumentation	
	230 V, 50/60 Hz	**38697**
	115 V, 60 Hz	**38698**
1	Druckerkabel	**29547**
1	Schmelzpunktröhrchen (1000 Stk)	**01759**
1	Siedepunktröhrchen (100 Stk)	**19007**
1	Siedepunktkapillaren (100 Stk)	**01762**
1	Set Verifikationssubstanzen beinhalted: je 1 Gramm 1,8-Octandiol, m-Toluysäure, Sulfanilamid und Phenolphtalein mit Zertifikat	**37667**
1	Mörser aus Achat (mit Pistill)	**41867**

Tabelle 3: Fakultatives Zubehör

2 Sicherheit

Das Gerät ist nach dem Stand der Technik und den anerkannnten sicherheitstechnischen Regeln gebaut. Dennoch können von dem Gerät Risiken und Gefahren ausgehen:

- wenn das Gerät von ungenügend ausgebildeten Personen bedient wird.
- wenn das Gerät nicht bestimmungsgemäss verwendet wird.

2.1 Symbole

Stop
Informationen über Gefahren, die zu hohen Sachschäden oder zu schweren oder lebensgefährlichen Verletzungen führen können.

Warnung
Informationen über Gefahren, die zu Gesundheitsschäden oder zu Sachschäden führen können.

Hinweis
Informationen, die auf technische Erfordernisse hinweisen. Das Nichtbefolgen kann zu Störungen, Unwirtschaftlichkeit und Produktionsverlusten führen.

2.2 Anforderungen an den Betreiber

Das Gerät darf nur durch Laborpersonal und andere Personen benutzt werden, welche aufgrund von Ausbildung oder Berufspraxis die Gefahren, die beim Betreiben des Gerätes entstehen können, überblicken können.
Personal ohne diese Ausbildung oder Personen, die sich in der Ausbildung befinden, bedürfen einer sorgfältigen Instruktion. Die vorliegende Betriebsanleitung gilt als Grundlage hierzu.

2.3 Bestimmungsgemässe Verwendung

Das Gerät ist als Laborgerät konzipiert und gebaut. Seine bestimmungsgemässe Verwendung ist die Bestimmung von Schmelz- und Siedepunkten, sowie Schmelzbereichen ab 30 bis 400°C.

2.4 Nichtbestimmungsgemässe Verwendung

Jede andere als die obenstehend erwähnte Verwendung sowie jede Anwendung, die nicht den technischen Daten entspricht, gilt als Fehlanwendung. Für allfällige Schäden, die auf eine solche Verwendung zurückzuführen sind, trägt der Betreiber das alleinige Risiko.

Insbesondere folgende Anwendungen sind unzulässig:

- Einsatz des Gerätes in Räumen, die EX-geschützte Apparaturen erfordern.
- Bestimmung von Proben, die durch Schlag, Reibung, Wärme oder Funkenbildung explodieren oder sich entzünden können (Beispiel: Sprengstoffe u.s.w.).

2.5 Grundsätzliche Gefahren

Grundsätzliche Gefahren gehen aus von

- Gemischen mit unbekannter Zusammensetzung oder Verunreinigungen.
- Brennbaren Gasen oder Lösungsmitteldämpfen in der unmittelbaren Umgebung des Gerätes.
- Beschädigten Glaswaren.
- Einem zu geringen Abstand der Rückseite des Gerätes zur Wand (siehe Kapitel 4, Inbetriebnahme).
- Verbrennungen durch Berührung von heissen Heizteilen

Das Entfernen von Abdeckungen unter Zuhilfenahme eines handelsüblichen Werkzeuges ist - ausser für autorisiertes Instandsetzungspersonal - verboten. Mit beschädigten Glaswaren darf das Gerät nicht in Betrieb genommen werden.

Bei Berührung spannungsführender Teile besteht Lebensgefahr!

2.6 Sicherheitsmassnahmen

Das Tragen der persönlichen Schutzausrüstung wie **Schutzbrille** und **Labormantel** ist erforderlich.
Diese Betriebsanleitung muss als Bestandteil des Schmelzpunktgerätes jederzeit dem Bedienungspersonal am Einsatzort des Gerätes zur Verfügung stehen. Dies gilt ebenfalls für zusätzliche Sprachvarianten dieser Anleitung, die separat nachbestellt werden können.

2.7 Modifikationen

Modifikationen am Gerät oder Ersatz-und Zubehörteilen sowie Verwendung von anderen als in dieser Betriebsanleitung erwähnten Ersatz- oder Zubehörteilen ist nur mit schriftlicher Zustimmung der Büchi Labortechnik AG zulässig.

2.8 Verantwortung des Betreibers

Der Betreiber ist für die Instruktion seines Personals verantwortlich. Dazu kann diese Betriebsanleitung in weiteren Sprachen nachbestellt werden.
Der Betreiber informiert den Hersteller umgehend über alle sicherheitsrelevanten Vorkommnisse, die sich bei Verwendung des Schmelzpunktgerätes ereignen.

3 Funktion

Das Schmelzpunktgerät B-545 ist ein Gerät zur Bestimmung von Schmelz- und Siedepunkten und Schmelzbereichen von Raumtemperatur bis 400°C.
Es können gleichzeitig 3 verschiedene Proben bestimmt werden. Die Bestimmung des Schmelzpuntes erfolgt automatisch und bei Bedarf gleichzeitig durch den Anwender.

3.1 Funktionsprinzip

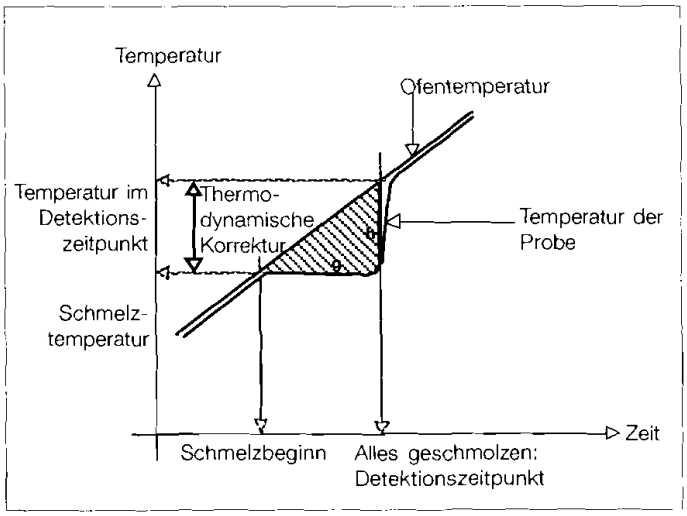


Bild 3a: Steile Rampe

Jede der 3 Proben befindet sich in einer Lichtschranke. Ist die Probe noch kristallin, so ist sie für den Lichtstrahl undurchlässig (= Transmission 0%). Die klar geschmolzene Probe dagegen ist lichtdurchlässig, was vom Gerät als Schmelzpunkt erkannt wird. Nebst dem jeweiligen Temperaturwert wird auch der Verlauf der Transmissionskurve gespeichert und steht zur Interpretation der Resultate zur Verfügung.

1. Thermodynamische Korrektur des automatisch bestimmten Schmelzpunktes

In der Standard-Konfiguration liefert das Gerät bei den automatisch bestimmten Schmelzpunkten die thermodynamisch korrigierten Werte. Um die korrekte Schmelztemperatur zu erhalten, muss von der detektierten Temperatur die thermodynamische Korrektur subtrahiert werden.

Schmelztemperatur = detektierte Temperatur -K $\sqrt{r}$, wobei r die Rampensteigung in °C/min. ist.

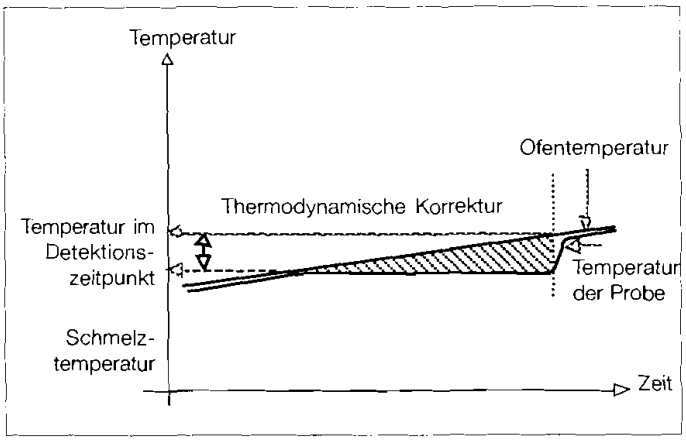


Bild 3b: Flache Rampe

2. Schmelzpunktwerte nach Pharmakopöe

Die thermodynamische Korrektur kann im Konfigurations-Menu ausgeschaltet werden. (siehe Kap. 5.9, Einstellung von Subparametern). Mit ausgeschalteter Korrektur entsprechen die Werte der jeweils aktuellen Ofentemperatur und sind als solche in einem gewissen Masse abhängig von der Anstiegsgeschwindigkeit der Temperaturrampe.

Die Art der bestimmten Werte wird im Protokoll ausgedruckt (thermodynamisch oder Pharmakopöe).

4 Inbetriebnahme

Achten Sie nach dem Auspacken auf Beschädigungen. Es ist wichtig, dass eventuelle Transportschäden schon beim Auspacken erkannt werden. Gegebenenfalls ist eine sofortige Tatbestandesaufnahme erforderlich (Meldung an Post, Bahn, oder Spedition sowie an den Lieferanten).

Die Originalverpackung ist für einen eventuellen späteren Transport aufzubewahren.

4.1 Aufstellungsort

Das Gerät muss auf einer stabilen, sauberen und ebenen Unterlage aufgestellt werden.

Aus Sicherheitsgründen und zur Gewährleistung eines ausreichenden Kühleffektes im Elektronikraum, muss der Abstand der Seitenwände des Gerätes zur Wand oder anderen Gegenständen mind. 30 cm betragen. Es dürfen keine Behälter, Chemikalien oder andere Geräte hinter dem Gerät stehen.

4.2 Einbau der Beipackteile

Die Probenhalter aus Glas werden in die Öffnung des Gehäusedeckels eingeführt.

Bild 4: Einbau der Probenhalter aus Glas

Die Probenhalter aus Glas schützen das Gerät vor Staub und kleineren Partikeln, sowie den Betreiber vor dem Berühren stromführender Teile.

Das Gerät ist deshalb nie ohne eingesetzte Probenhalter in Betrieb zu nehmen.

Die Glasplatte wird im Metallheizblock positioniert, dabei ist darauf zu achten, dass die Platte nur seitlich berührt wird.

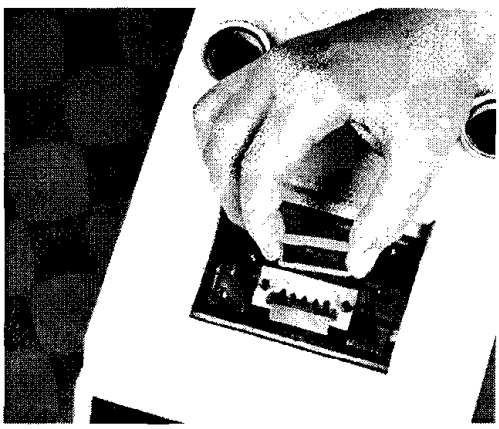


Bild 5: Montage der Glasplatte

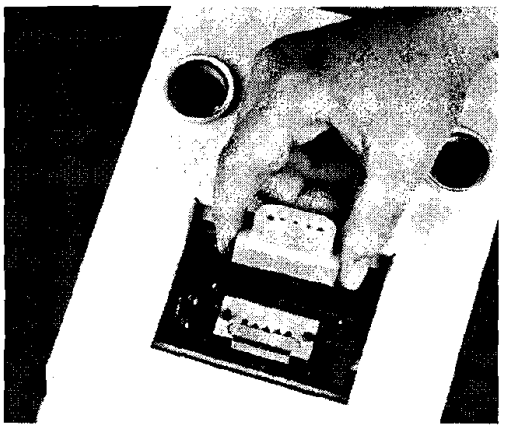


Bild 6: Einsetzung des oberen Keramikteils

Das obere Keramikteil des Ofens wird auf den Metallblock gelegt.

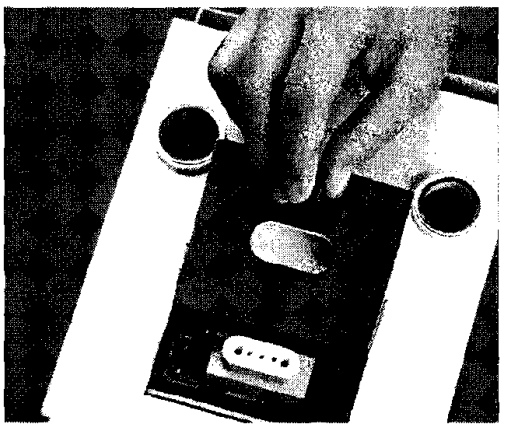


Bild 7: Einsetzung des Metalldeckels

Der Metalldeckel wird über den Heizblock gelegt.

4.3 Energieverbindungen

Überprüfen Sie, ob die Spannung der Steckdose mit der auf dem Apparateschild angegebenen Spannung übereinstimmt. Das Schmelzpunktgerät ist immer an einer geerdeten Steckdose anzuschliessen. Externe Kupplungen und Verlängerungskabel müssen einen Schutzleiter führen (3-polige Kupplungen, Kabel und Steckvorrichtungen). Jegliche Unterbrechung des Schutzleiters ist verboten. Risiken aufgrund eines internen Defektes werden so vermieden.

4.4 Hinweis: Kalibration

Das Gerät muss durch den Benutzer kalibriert werden, bevor es zur Bestimmung von Schmelzpunkten verwendet wird. Hierzu sollte das im Lieferumfang enthaltene Kalibriersubstanzen-Set verwendet werden.

Vor der Kalibration muss das Kapitel 5 dieser Betreibsanleitung gelesen werden. Die Kalibrierung erfolgt anschliessend gemäss Kapitel 6.3 dieser Betriebsanleitung.

5 Bedienung

Beachten Sie, dass das Gerät nach den Hinweisen in Kapitel 4, Inbetriebnahme, ordnungsgemäss in Betrieb genommen wurde.

5.1 Steuerungs-, Bedienungs- und Anzeigeelemente

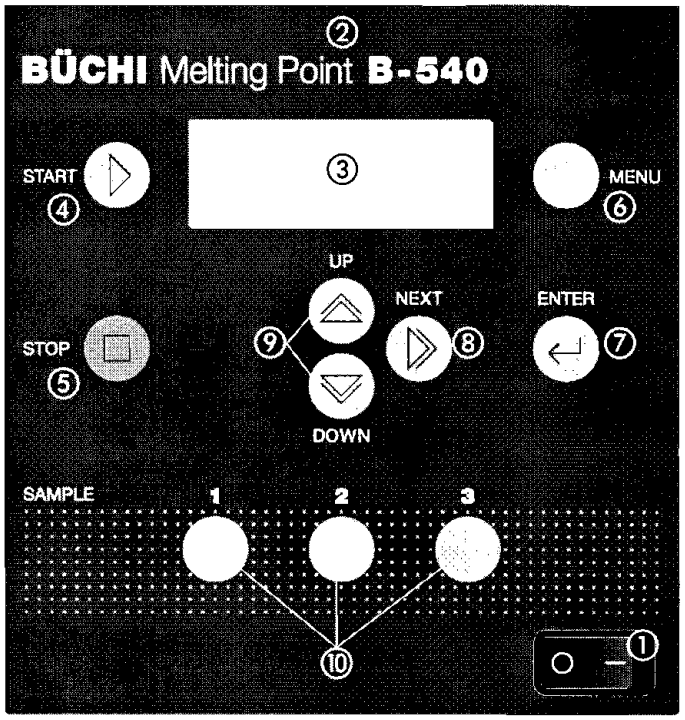


Bild 8: Frontansicht B-545

① Hauptschalter
② Lupe zur Beobachtung der Proben
③ LCD-Anzeige für die Bedienerführung
④ START-Taste für den Start einer Bestimmung
⑤ STOP-Taste für den Abbruch einer Bestimmung
⑥ MENU-Taste zum Wechsel dargestellter Menu-Fenster in der LCD-Anzeige
⑦ ENTER-Taste zur vertikalen Änderung der Cursorposition bei der Einstellung von Parametern in der LCD-Anzeige
⑧ NEXT-Taste zur horizontalen Änderung der Cursorposition bei der Einstellung von Parametern in der LCD-Anzeige
⑨ UP/DOWN Tasten zur Änderung von Einstellungen in der jeweiligen Cursorposition
⑩ Tasten zur Abspeicherung von Messwerten während einer Bestimmung

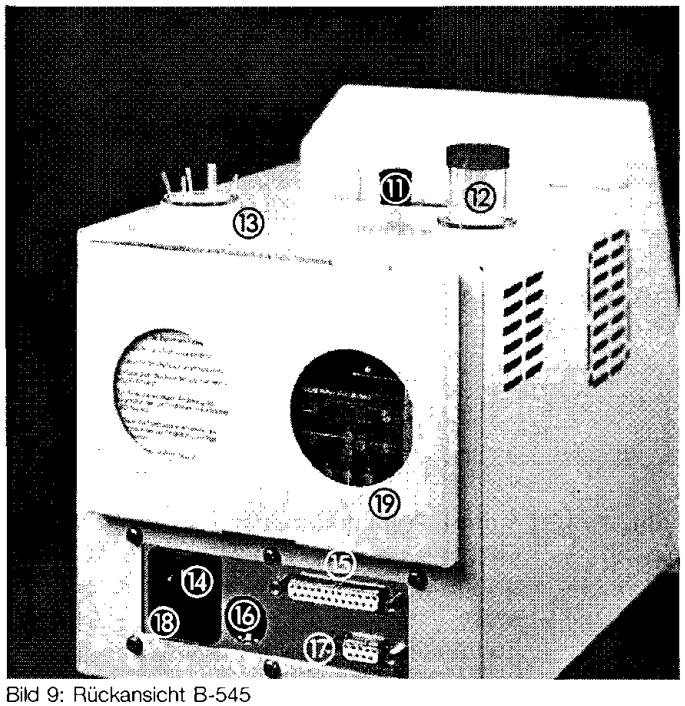
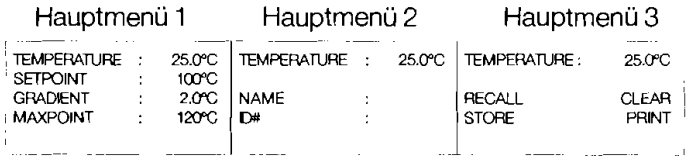


Bild 9: Rückansicht B-545

⑪ Deckel
⑫ Vorratsgefäss für ungebrauchte Schmelzpunkt- bzw. Siedepunktröhrchen
⑬ Vorratsgefäss für gebrauchte Schmelzpunkt- bzw. Siedepunktröhrchen
⑭ Gerätestecker
⑮ Stecker für Druckeranschluss
⑯ Stecker für Keyboardanschluss
⑰ Stecker für PC-Anschluss
⑱ Hauptsicherung
⑲ Halterung für Kurzbetriebsanleitung

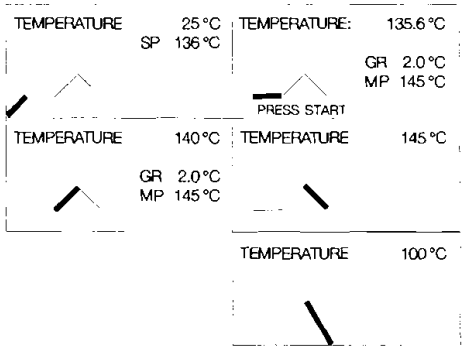
5.2 Bedienungsstruktur der Menus

5.2.1 Hauptmenus



In diesen drei Hauptmenus bewegt sich der Anwender bei jeder neuen Bestimmung.

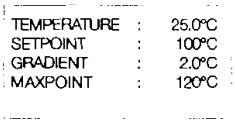
5.2.2 Grafiken



Diese Grafiken begleiten den Anwender durch eine Bestimmung, und erläutern welcher Teil des Heizprofiles aktiviert ist.

5.3 Begriffdefinitionen der Displays

5.3.1 Hauptmenus



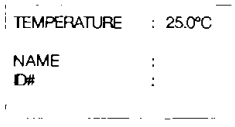
Grundzustand (Hauptmenu 1)

Temperature: aktuelle Temperatur des Ofen-Innenraumes

Setpoint: Temperatur,
- bei welcher die Probenkapillaren in das Gerät eingeführt werden
- ab welcher das eingestellte Temperaturprogramm abläuft

Gradient: Temperaturanstieg von 0.1/0.2/0.5/1.0/2.0/3.0/5.0/10.0/20 °C/ min, mit welcher ab dem SETPOINT zum MAXPOINT aufgeheizt wird

Maxpoint: Maximale zu erreichende Temperatur für die laufende Bestimmung. Dieser wird automatisch 15 °C über den SETPOINT gesetzt, kann aber auch angepasst werden.

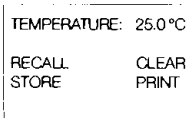


Speichermenus (Hauptmenu 2)

Temperature: Aktuelle Temperatur des Ofen-Innenraumes

Name: Methodenname, unter welchem die Parameter einer Bestimmung abgespeichert werden sollen.

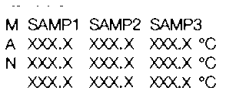
ID#: Zuordnung eines Probennamens zu einer laufenden Bestimmung

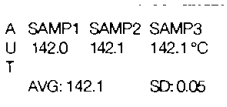


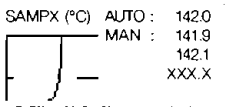
(Hauptmenu 3)
Temperature: Aktuelle Temperatur des Ofen-Innenraumes
RECALL: Aufrufen von abgespeicherten Methoden zur Bestimmung
STORE: Zur Abspeicherung neuer Methoden zur Bestimmung
CLEAR: Zum Löschen abgespeicherter Methoden
PRINT: Zum Ein/Ausschalten des automatischen Ausdruckes der ermittelten Werte einer Bestimmung

5.3.2 Wertedisplay

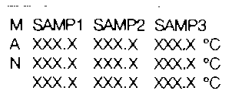
Schmelzpunkt

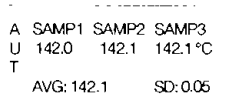


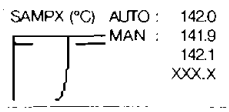




Schmelzbereich







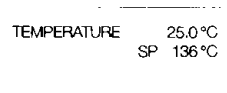
Anzeige der manuellen Bestimmung
In diesem Display werden die Resultate der manuellen Bestimmung abgelesen. Pro Probenkapillare erscheinen maximal 3 Werte, welche untereinander dargestellt sind.

Anzeige der automatischen Bestimmung
In diesem Display werden die automatisch detektierten Werte der Bestimmung sowie Mittelwert (AVG) und Standardabweichung (SD) aufgelistet.

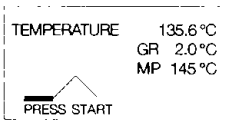
Anzeige der automatischen und manuellen Bestimmung
In diesem Display werden die Schmelzpunkte der manuellen und automatischen Bestimmung abgelesen.
Pro Probenkapillare erscheinen maximal 3 Werte, welche untereinander dargestellt sind.

Diese Bestimmungen wurden nach der thermodynamischen Methode durchgeführt. Nach Pharmakopöe durchgeführt, würde im Display bei AUT jeweils AUTP angezeigt.

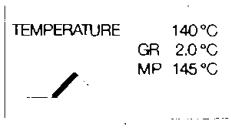
5.3.3 Grafiken



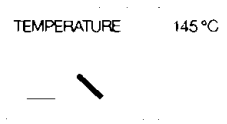
Gerät heizt auf den vorgewählten SETPOINT.



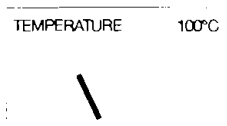
Gerät hat den vorgewählten SETPOINT erreicht und wartet auf den Start des Temperaturprogrammes



Gerät heizt mit dem vorgewählten GRADIENTEN auf den höchsten Punkt des Temperaturprogrammes (MAXPOINT)



Gerät hat den höchsten Punkt des Temperaturprogrammes erreicht (MAXPOINT) und kühlt auf den vorher benutzten SETPOINT ab.



Gerät kühlt auf Raumtemperatur ab.

5.4 Probenvorbereitung

Grobkristalline und nicht homogene Proben werden im Mörser zerkleinert und mindestens 4-6 mm (für Präzisionsmessungen wird 4 mm empfohlen) hoch in das Schmelzpunktröhrchen eingefüllt.

Es wird empfohlen, BÜCHI Röhrchen zu verwenden, Artikel Nr. 01759. Vor der Verwendung von Röhrchen anderer Hersteller wird dringend abgeraten, da diese Röhrchen im allgemeinen andere Durchmesser aufweisesn, was schwerwiegenden Einfluss auf die Qualität der Messwerte hat.

Um vergleichbare Resultate zu erhalten, ist es wichtig, dass die Füllhöhe in allen drei Kapillaren gleich gewählt wird und die Substanz in den Kapillaren gut verdichtet wird.

Gutes Verdichten wird wie folgt erreicht:
- Klopfen der Kapillare auf eine harte Unterlage
- Kapillare durch ein ca. 1m langes Glasrohr auf den Tisch fallen lassen (Glasrohr anschliessend reinigen!)
- Probe mit Stopfdraht verdichten

5.5 Bestimmung eines Schmelzpunktes oder des Schmelzbereichs

Folgende Punkte müssen vor einer Bestimmung geklärt sein:

- Ist der ungefähre Schmelzpunkt/Schmelzbereich bekannt?
  falls nein → siehe 5.6

- Soll ein Probennamen eingegeben werden ?
  falls ja → siehe 5.6.1

- Wo liegt der SETPOINT der Bestimmung ?
  Eingabe SETPOINT → siehe 5.5.1

- Wie schnell soll der Temperaturanstieg (GRADIENT) zwischen SETPOINT und MAXPOINT sein ?
  Eingabe GRADIENT → siehe 5.5.2

- Soll die Differenz zwischen SETPOINT und MAXPOINT mehr als 15 °C betragen ?
  Änderung MAXPOINT → siehe 5.5.3

Substanz mit bekanntem Schmelzpunkt/-bereich

Ablauf der Schmelzpunktbestimmung einer bekannten Substanz.

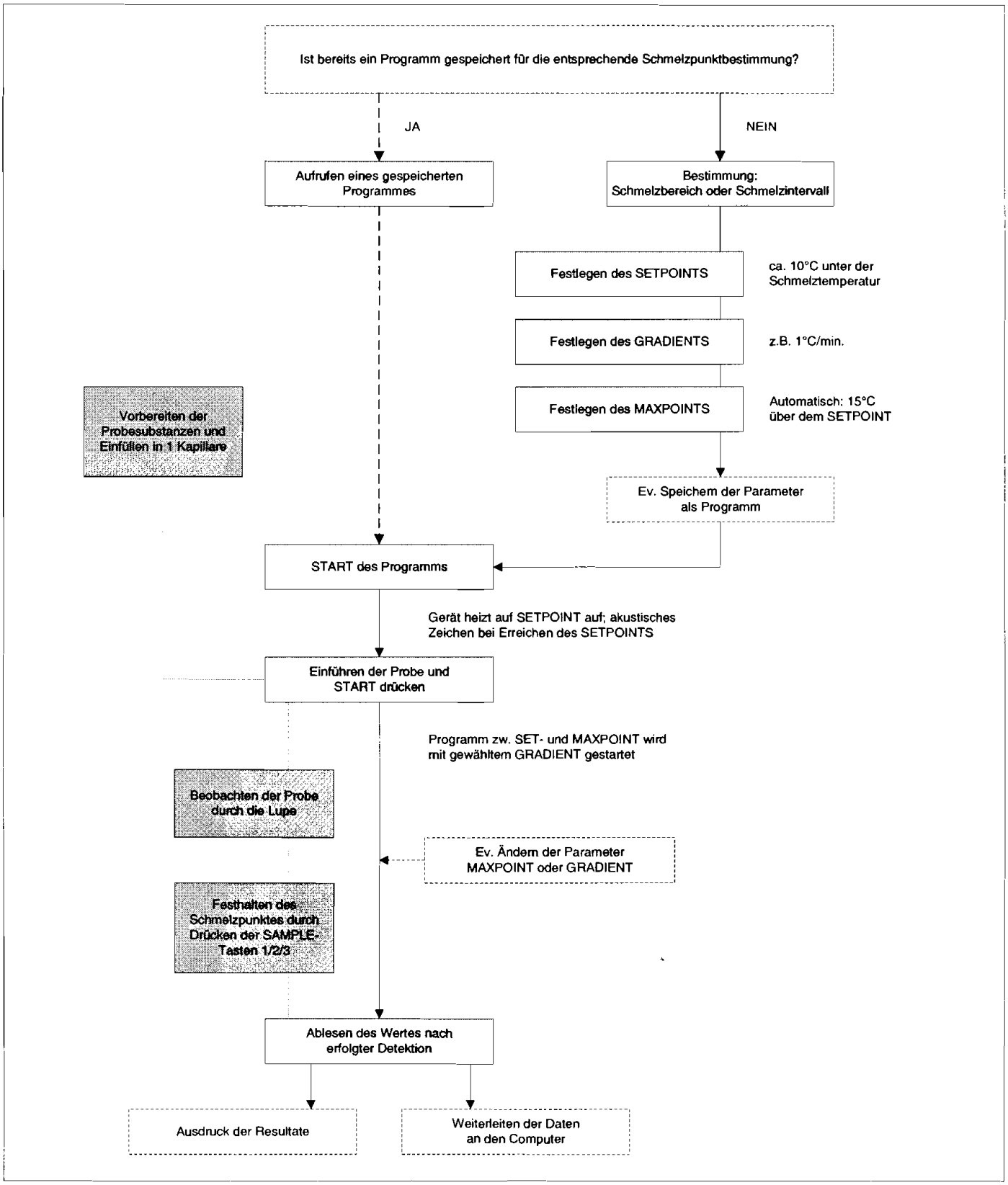

Ist bereits ein Programm gespeichert für die entsprechende Schmelzpunktbestimmung?
JA
NEIN
Aufrufen eines gespeicherten Programmes
Bestimmung: Schmelzbereich oder Schmelzintervall
Festlegen des SETPOINTS
ca. 10°C unter der Schmelztemperatur
Festlegen des GRADIENTS
z.B. 1°C/min.
Festlegen des MAXPOINTS
Automatisch: 15°C über dem SETPOINT
Vorbereiten der Probesubstanzen und Einfüllen in 1 Kapillare
Ev. Speichern der Parameter als Programm
START des Programms
Gerät heizt auf SETPOINT auf; akustisches Zeichen bei Erreichen des SETPOINTS
Einführen der Probe und START drücken
Programm zw. SET- und MAXPOINT wird mit gewähltem GRADIENT gestartet
Beobachten der Probe durch die Lupe
Ev. Ändern der Parameter MAXPOINT oder GRADIENT
Festhalten des Schmelzpunktes durch Drücken der SAMPLE-Tasten 1/2/3
Ablesen des Wertes nach erfolgter Detektion
Ausdruck der Resultate
Weiterleiten der Daten an den Computer

Bild 10: Flussdiagramm Schmelzpunktbestimmung einer bekannten Substanz.

Substanz mit unbekanntem Schmelzpunkt/-bereich

Ist der ungefähre Schmelzpunkt einer Substanz nicht bekannt, wird vor der eigentlichen Schmelzpunktbestimmung mittels einer Grobbestimmung die ungefähre Lage des Schmelzpunktes ermittelt. Im Anschluss daran kann die eigentliche Schmelzpunktbestimmung durchgeführt werden (siehe vorhergehende Seite).

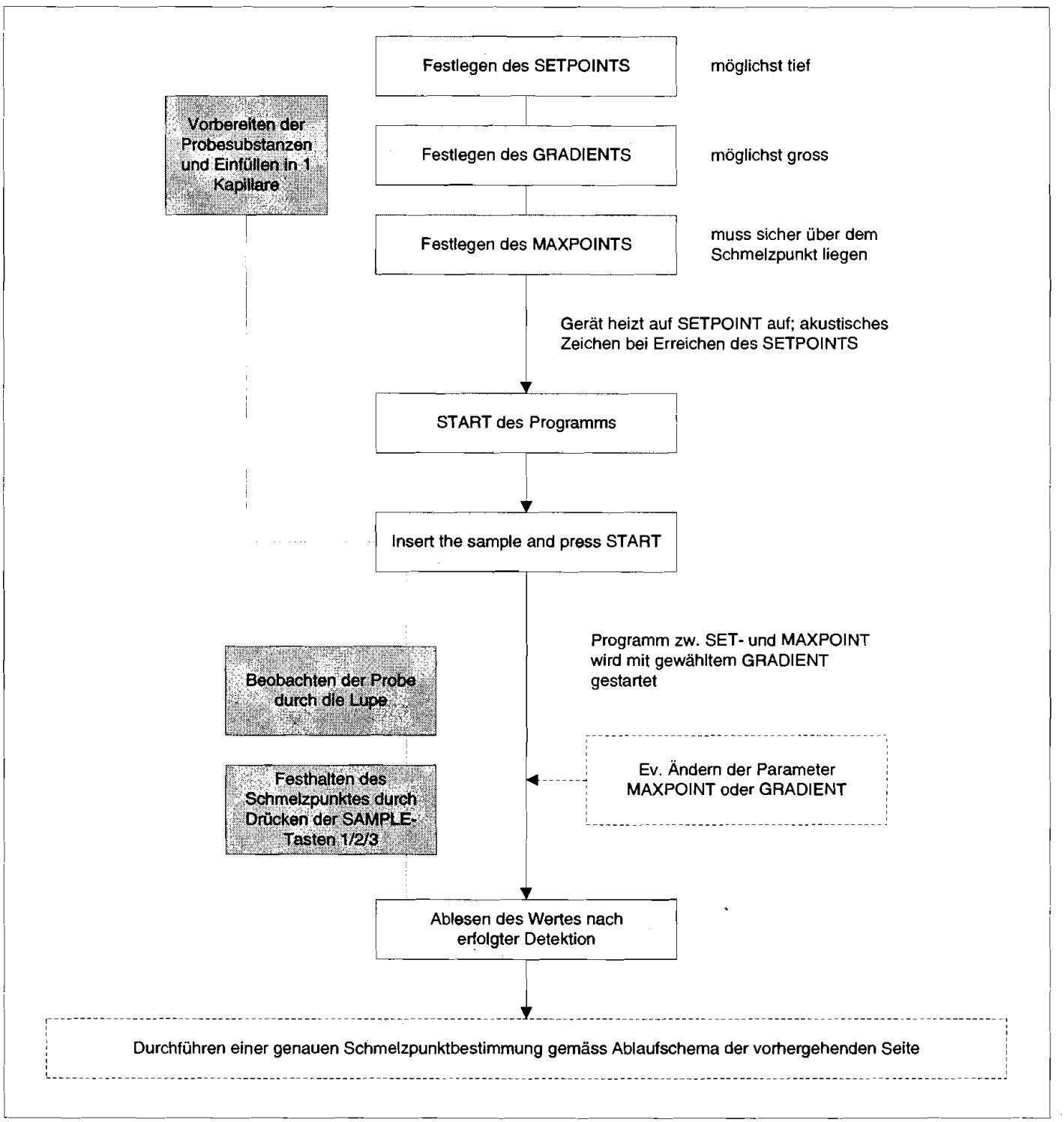
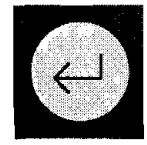

Festlegen des SETPOINTS
möglichst tief
Vorbereiten der Probesubstanzen und Einfüllen in 1 Kapillare
Festlegen des GRADIENTS
möglichst gross
Festlegen des MAXPOINTS
muss sicher über dem Schmelzpunkt liegen
Gerät heizt auf SETPOINT auf; akustisches Zeichen bei Erreichen des SETPOINTS
START des Programms
Insert the sample and press START
Programm zw. SET- und MAXPOINT wird mit gewähltem GRADIENT gestartet
Beobachten der Probe durch die Lupe
Ev. Ändern der Parameter MAXPOINT oder GRADIENT
Festhalten des Schmelzpunktes durch Drücken der SAMPLE-Tasten 1/2/3
Ablesen des Wertes nach erfolgter Detektion
Durchführen einer genauen Schmelzpunktbestimmung gemäss Ablaufschema der vorhergehenden Seite

Bild 11: Flussdiagramm Schmelzpunktbestimmung einer Substanz mit unbekanntem Schmelzpunkt/-bereich

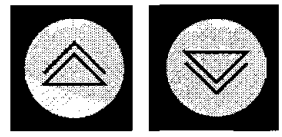
5.5.1 Festlegen des SETPOINT

Die Anpassung des Setpoint erfolgt im Hauptmenü. Die Einstellung des SETPOINT erfolgt auf jeder einzelnen Ziffer der entsprechenden Zahl. Durch die Tasten UP/DOWN sowie NEXT wird der SETPOINT eingestellt, mittels ENTER-Taste wird die Zahl übernommen. Als Beispiel soll ein SETPOINT von 180 °C eingestellt werden. (Bereich 25 bis 400 °C)

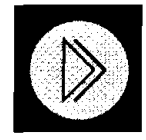
TEMPERATURE: 25.0°C
SETPOINT : 100°C
GRADIENT : 2.0°C
MAXPOINT : 120°C



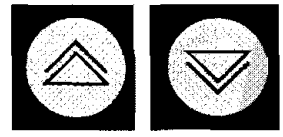
Die ENTER-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld SETPOINT befindet.



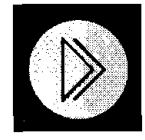
Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 1 im ersten Digit steht.



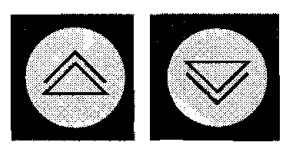
NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem zweiten Digit steht.



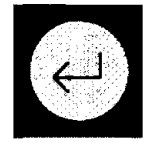
Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 8 im zweiten Digit steht.



NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem dritten Digit steht.



Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 0 im dritten Digit steht.



ENTER zur Übernahme der ganzen SETPOINT-Temperatur.

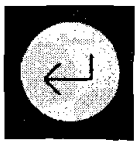
Für beste Ergebnisse wird empfohlen, einen Setpoint von 5-10°C unterhalb der erwarteten Schmelzpunktes zu erwenden.

5.5.2 Festlegen des GRADIENT

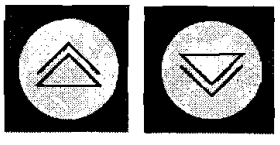
(Temperaturanstieg pro Minute)

Der Gradient ist die Heizrate, mit welcher ab Erreichen der SETPOINT-Temperatur zum MAXPOINT weitergeheizt wird. Mögliche Gradienten sind: 0.1/0.2/0.5/1/2/3/5/10/20 °C/min. Als Beispiel soll ein Gradient von 1 °C/min. gewählt werden.

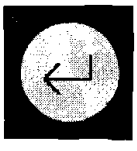
TEMPERATURE: 25.0°C
SETPOINT : 100°C
GRADIENT : 2.0°C
MAXPOINT : 120°C



Die ENTER-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld GRADIENT befindet.



Erhöhen bzw. verkleinern des Temperaturanstiegs bis der Wert von 1 °C/min erscheint.



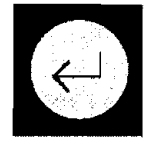
ENTER zur Übernahme des gewählten Temperaturanstiegs.

Für beste Ergebnisse wird empfohlen, eine Heizrate von 0.5°C/min. zu verwenden. Für Messungen nach Pharmakopöe sollte eine Heizrate von 1°C/min. verwendet werden.

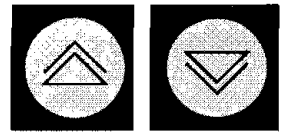
5.5.3 Festlegen des MAXPOINT

Im Normalfall wird die Temperatur des MAXPOINT automatisch 15 °C über den SETPOINT gesetzt. Sollte diese Temperaturdifferenz in einem Einzelfall mehr als 15 °C betragen, so kann der MAXPOINT manuell angepasst werden. Die Anpassung des MAXPOINT erfolgt ebenfalls im Hauptmenü 1. Als Beispiel soll die MAXPOINT-Temperatur von 195 °C auf 230 °C erhöht werden. (Bereich: SETPOINT + 1 bis max. 410 °C)

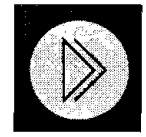
```
TEMPERATURE: 25.0°C
   SETPOINT :  100°C
   GRADIENT :  2.0°C
   MAXPOINT :  120°C
```



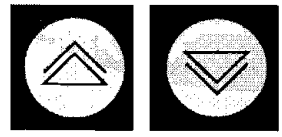
Die ENTER-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld MAXPOINT befindet.



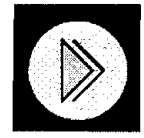
Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 2 im ersten Digit steht.



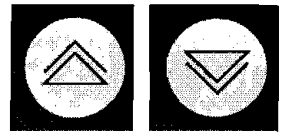
NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem zweiten Digit steht.



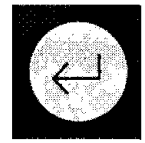
Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 3 im zweiten Digit steht.



NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem dritten Digit steht.



Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 0 im dritten Digit steht.



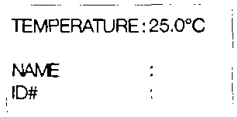
ENTER zur Übernahme der ganzen MAXPOINT-Temperatur

5.6 Programmverwaltung

5.6.1 Zuordnung einer Probenidentifikation

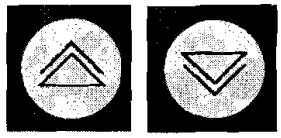
Werden gleichartige Parameter immer wieder verwendet, so empfiehlt es sich, diese mittels Probennamen abzuspeichern. So müssen diese nicht immer neu eingegeben werden, sondern nur aus dem Speicher aufgerufen werden.
Wo nötig, kann dieser Methode eine Identifikation (z.B. Chargennummer oder Versuchsnummer) zugeordnet werden. Der Name und die Probenidentifikation erscheinen dann auf dem Papierausdruck.
Die Eingabe des Probennamens und der Probenidentifikation erfolgt in den Hauptmenüs. Der verwendete Name kann aus Buchstaben, Zahlen oder einer Kombination von Zahlen mit Buchstaben bestehen.

Zur vereinfachten Eingabe von Probennamen und Probenidentifikationen empfehlen wir die Verwendung einer Tastatur. (Büchi Art.No. 29599/29548)



Die ENTER-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld NAME zur Eingabe des Methodennamens befindet.

Die NEXT-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf der richtigen Position der Waagrechten befindet, welche verändert werden soll.



Eine einzelne Cursorposition kann durch Drücken der UP- oder DOWN-Tasten geändert werden.

ENTER-Taste drücken zur Übername des Methodennamens. Eingabe der Identifikation wieder durch UP/DOWN und NEXT-Taste eingeben.

ENTER-Taste drücken zur Übername der Probenidentifikation. Name und Probenidentifikation erscheinen jetzt auf dem Papierausdruck. Die Methode ist damit aber noch nicht gespeichert. Soll die Methode in den Speicher abgelegt werden, muss ins Hauptmenü 3 gewechselt werden.

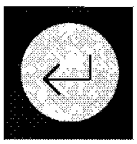
5.6.2 Speichern von Programmen

MENÜ-Taste drücken: Wechsel zum Hauptmenü 3.

TEMPERATURE: 25.0 °C

RECALL CLEAR
STORE PRINT

Die NEXT-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld STORE befindet.



Durch Drücken der ENTER-Taste wird das Programm mit den gewählten Parametern unter dem eingegebenen Namen gespeichert und die Anzeige wechselt ins Hauptmenü 1.
Die Probenidentifikation wird nicht gespeichert.

Mögliche Fehlermeldungen.

TEMPERATURE : 25.0°C

MEMORY FULL !
PRESS ENTER

TEMPERATURE : 25.0°C

NO NAME - NOT STORED !
PRESS ENTER

TEMPERATURE : 25.0°C

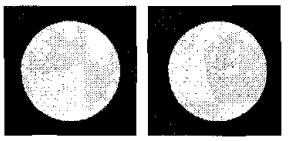
NAME EXISTS ALREADY
PRESS ENTER

5.6.3 Aufrufen von abgespeicherten Programmen

Werden gleichartige Parameter immer wieder verwendet, so empfiehlt es sich, diese mittels Probennamen abzuspeichern. So müssen diese nicht immer neu eingegeben werden, sondern nur aus dem Speicher aufgerufen werden.

```
TEMPERATURE: 25.0°C
   SETPOINT :  100°C
   GRADIENT :  2.0°C
   MAXPOINT :  120°C
```

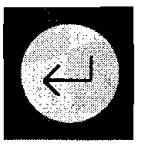
Das Aufrufen von abgespeicherten Programmen erfolgt im Hauptmenü 3.



Die Menütaste wird zweimal gedrückt um ins Hauptmenü 3 zu gelangen.

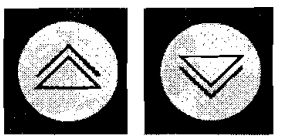
```
TEMPERATURE: 25.0 °C

RECALL      CLEAR
STORE       PRINT
```

Die NEXT- Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld RECALL befindet.

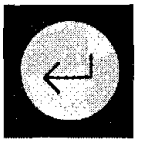


Durch Drücken der ENTER-Taste werden die abgespeicherten Programme aufgelistet.

```
TEMPERATURE : 25.0 °C
RCL: XXXXXX          ↑
     XXXXXX
     XXXXXX          ↓
```



Mit UP/DOWN-Tasten wird das gewünschte Programm ausgesucht. (z.B. Benzoesäure)



Durch Drücken der ENTER-Taste wird das ausgesuchte Programm aufgerufen. Das Gerät ist nun mit der aufgerufenen Methode für die nächste Bestimmung bereit.
Die Anzeige wechselt ins Hauptmenü 1.

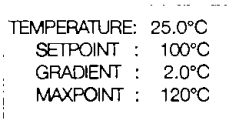
```
TEMPERATURE:  25.0°C
   SETPOINT :  100°C
   GRADIENT :  2.0°C
   MAXPOINT :  120°C
```

```
TEMPERATURE : 25.0°C

   MEMORY EMPTY!
   PRESS ENTER
```

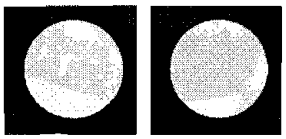
Mögliche Fehlermeldung.

5.6.4 Löschen von abgespeicherten Programmen

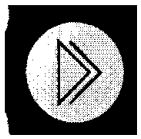
Werden abgespeicherte Programme nicht mehr benötigt oder ist die Kapazität der Speicherplätze erschöpft, so können Programme gelöscht werden.



Das Löschen von abgespeicherten Programmen erfolgt im Hauptmenü 3.

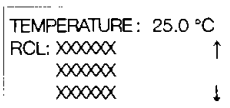


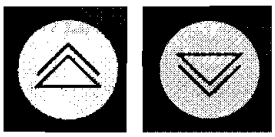
Die MENÜ-Taste wird zweimal gedrückt, um ins Hauptmenü 3 zu gelangen.



Die NEXT-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld CLEAR befindet.

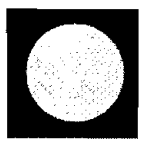
Durch Drücken der ENTER-Taste werden die abgespeicherten Programme aufgelistet.



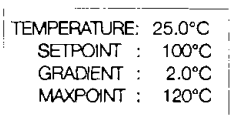


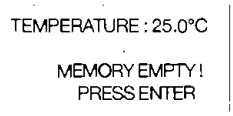
Mit UP/DOWN-Tasten wird das zu löschende Programm ausgewählt. (z.B. Benzoesäure)

Durch Drücken der ENTER-Taste wird das ausgewählte Programm gelöscht. Falls nötig können jetzt noch weitere Programme gelöscht werden.



Durch Drücken der MENÜ-Taste kann ins Hauptmenü zurückgekehrt werden.





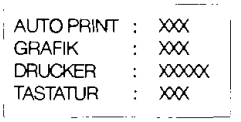
Mögliche Fehlermeldung.

5.6.5 Drucken von Resultaten

1. Automatisches Ausdrucken nach jeder Bestimmung

Nach Abschluss einer Bestimmung können Resultate und gewählte Parameter automatisch ausgedruckt werden. Wird ein solches automatisches Ausdrucken gewünscht, muss ins Konfigurationsmenü 3 gewechselt werden.

- Menü-Taste wird für 3 Sekunden gedrückt, um ins erste Untermenü zu wechseln.
- Menü-Taste 2mal drücken, um ins Konfigurationsmenü 3 zu wechseln.



Der angeschlossene Printer wird im Feld DRUCKER ausgewählt.

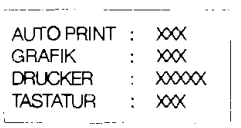
Auf dem Feld AUTOPRINT wird festgelegt, dass bei:

YES: nach jeder Bestimmung automatisch ein Ausdruck erfolgen soll.

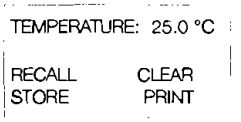
NO: nach jeder Bestimmung kein Ausdruck erfolgen soll.

2. Manuelles Ausdrucken nach jeder Bestimmung

Es kann durch den Anwender festgelegt werden, von welcher Bestimmung er einen Ausdruck will.



Dazu muss im Konfigurationsmenü 3 beim AUTOPRINT = NO gewählt werden.



Wird nun nach einer erfolgten Bestimmung ein Ausdruck gewünscht, so wird mittels MENÜ-Taste ins Feld PRINT gewechselt und mit ENTER bestätigt.

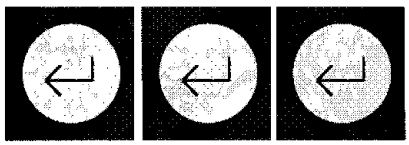
5.7 Durchführung einer Bestimmung

TEMPERATURE: 25.0°C
SETPOINT : 100°C
GRADIENT : 2.0°C
MAXPOINT : 120°C

Zuerst wird entschieden, ob der Schmelzpunkt oder der Schmelzbereich bestimmt werden soll.

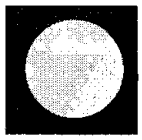
SCHWELLE : XXX %
EINST. TRANSM.: XXX
PHARMAKOPOE: XXX
BEREICH : XXX

Durch ein 3 Sekunden langes Drücken der MENU-Taste kann von jedem der 3 Hauptmenus das 1. Konfigurationsmenu angewählt werden.



Die ENTER-Taste wird dreimal gedrückt. Der Cursor befindet sich nun auf dem Feld BEREICH.

JA → Bestimmung **Schmelzbereich**
NEIN → Bestimmung **Schmelzpunkt**



Durch ein 3 Sekunden langes Drücken der MENU-Taste wird in das Hauptmenu zurückgekehrt.

5.7.1 Substanz mit bekanntem Schmelzpunkt/-bereich

TEMPERATURE : 25.0°C
SETPOINT : 100°C
GRADIENT : 2.0°C
MAXPOINT : 120°C

Der Start einer Bestimmung des Schmelzpunkts/-bereichs kann aus jedem Hauptmenü erfolgen. Setpoint, Gradient und Maxpoint müssen zuerst, wie unter 5.5.1–5.5.3 beschrieben, definiert worden sein.

Durch Drücken des START-Knopfes heizt das Gerät auf den vorher gewählten SETPOINT auf.

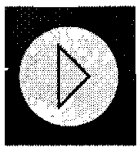
TEMPERATURE 25.0 °C
SP 136 °C

TEMPERATURE: 135.6 °C

GR 2.0 °C
MP 145 °C
PRESS START

Das Erreichen des SETPOINT wird dem Anwender akustisch mitgeteilt. Gleichzeitig wechselt die Grafik. Die Proben werden in den Probenhalter eingeführt.

Die Kapillaren müssen vor dem Drücken der Start-Taste eingeführt werden.

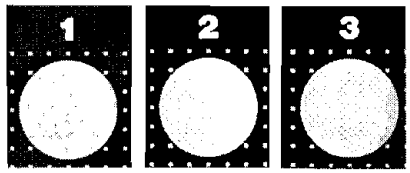


Durch erneutes Drücken der START-Taste wird das Temperaturprogramm zwischen SET- und MAXPOINT gestartet, und das Display wechselt in die Detektionsphase. Die Proberöhrchen dürfen während dieser Phase nicht bewegt werden.

TEMPERATURE 140 °C

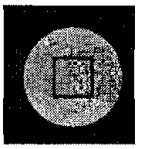
GR 2.0 °C
MP 145 °C

Die Proben werden bei Bedarf durch die Lupe beobachtet. Der Schmelzpunkt kann zusätzlich manuell bestimmt werden. Durch Drücken der SAMPLE-Tasten 1/2/3 wird die jeweils aktuelle Temperatur in den Speicher des Gerätes übernommen.



Jedes Drücken der SAMPLE-Tasten wird durch einen Piepston quittiert und mit einer Indikation auf dem Bildschirm bestätigt. Pro Probe können max 3 Zustandsänderungen in den Speicher übernommen werden.

Wenn sich bei eingeschalteter Automatik (Detektion: JA) nach dem Schmelzvorgang die Transmission während 30 Sekunden nicht verändert, wird die Bestimmung automatisch abgebrochen und das Gerät abgekühlt.



Nach Erreichen des vorgewählten MAXPOINT, kühlt das Gerät automatisch auf den vorher verwendeten SETPOINT ab. Das Temperaturprogramm kann vor Erreichen der MAXPOINT Temperatur durch Drücken der STOP-Taste abgebrochen werden. Auch in diesem Fall kühlt das Gerät auf den vorher gewählten SETPOINT ab und zeigt die automatisch ermittelten Werte an.

```
A SAMP1 SAMP2 SAMP3
U 142.0   142.1  142.1 -C
T
  AVG: 142.1    SD: 0.05
```

Samp 1:
Automatisch ermittelter Wert für Substanz in Kapillare 1

Samp 2:
Automatisch ermittelter Wert für Substanz in Kapillare 2

Samp 3:
Automatisch ermittelter Wert für Substanz in Kapillare 3

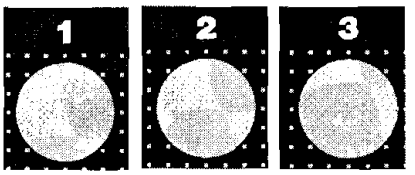
P:
Methode Pharmakopoe

AVG:
Mittelwert der drei ermittelten Werte

SD:
Standardabweichung der drei ermittelten Werte

Durch Drücken der NEXT-Taste können die visuell ermittelten Werte auf dem Bildschirm dargestellt werden.

```
M SAMP1 SAMP2 SAMP3
A XXX.X  XXX.X  XXX.X °C
N XXX.X  XXX.X  XXX.X °C
  XXX.X  XXX.X  XXX.X °C
```

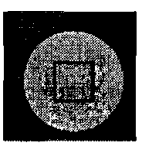


Durch Drücken einer der drei SAMPLE-Tasten, lässt sich der Verlauf der Transmission pro Kapillare grafisch darstellen.

```
SAMPX (°C) AUTOP:142.0
           MAN: 141.9
                142.1
                XXX.X
```

AUTOP: Automatisch ermittelter Wert nach Pharmakopoe
MAN: Manuell ermittelte Werte

Durch Drücken der MENÜ-Taste wird ins Hauptmenü zurückgekehrt.

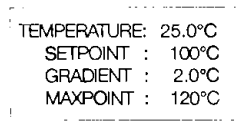


Durch Drücken der STOP-Taste kühlt das Gerät auf Raumtemperatur ab.

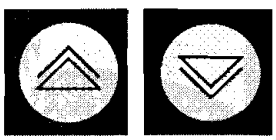
5.7.2 Substanz mit unbekanntem Schmelzpunkt/-bereich

Hat der Anwender keine Information, wo der Schmelzpunkt/-bereich seiner Substanz liegt, so kann dieser mit einer vorgängigen Schnellbestimmung eruiert werden. Dazu empfiehlt es sich, den SETPOINT möglichst tief und den Temperatur-GRADIENTEN möglichst hoch zu wählen. Der MAXPOINT sollte hier so gewählt sein, dass er mit Sicherheit über dem Schmelzpunkt liegt. Der Start einer Schnellbestimmung kann nur aus dem Hauptmenü erfolgen.
Auf eine Probenbezeichnung kann verzichtet werden. SET-POINT, GRADIENT und MAXPOINT müssen definiert werden. Als Beispiel soll ein Schmelzpunkt bestimmt werden, der zwischen Raumtemperatur und 300 °C liegt. Dazu reicht es aus, den ungefähren Schmelzpunkt mit nur einer Kapillare durchzuführen.

Festlegung des SETPOINT
(bei unbekanntem Schmelzpunkt/-bereich)

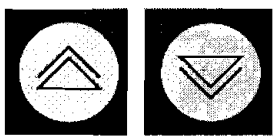


Die ENTER-Taste wird solange gedrückt, bis sich der Cursor auf dem Feld SETPOINT befindet.

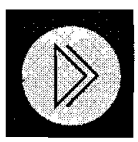


Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 0 im ersten Digit steht.

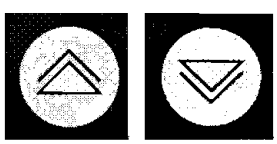
NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem zweiten Digit steht.



Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 3 im zweiten Digit steht.



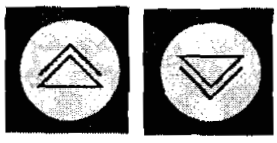
NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem dritten Digit steht.



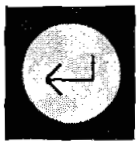
Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 0 im dritten Digit steht.

ENTER zur Übernahme der ganzen SETPOINT-Temperatur. Der Cursor springt zur nächsten Zeile.

Einstellung des Temperaturprogrammes (GRADIENT)
(bei unbekanntem Schmelzpunkt/-bereich)

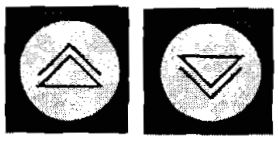


Erhöhen bzw. verkleinern des Temperaturprogrammes, bis der Wert von 20 °C/min erscheint.



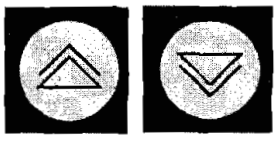
ENTER zur Übernahme des gewählten Temperaturprogrammes.
Der Cursor springt zur nächsten Zeile.

Einstellung des MAXPOINTS
(bei unbekanntem Schmelzpunkt/-bereich)

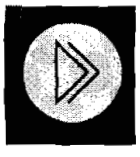


Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 3 im ersten Digit steht.

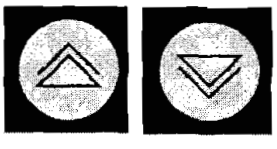
NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem zweiten Digit steht.



Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 0 im zweiten Digit steht.



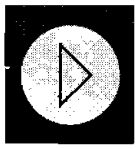
NEXT-Taste, bis der Cursor auf dem dritten Digit steht.



Erhöhen bzw. verkleinern des Wertes, bis die Zahl 0 im dritten Digit steht.

ENTER-Taste zur Übernahme der ganzen MAXPOINT-Temperatur

TEMPERATURE: 25.0°C
SETPOINT : 30°C
GRADIENT : 20°C
MAXPOINT : 300°C



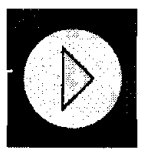
Durch Drücken des START-Knopfes heizt das Gerät auf den vorher gewählten SETPOINT auf. Das Display stellt den Temperaturverlauf grafisch dar.

TEMPERATURE 25.0 °C
SP 25 °C

TEMPERATURE: 135.6 °C
GR 2.0 °C
MP 145 °C
PRESS START

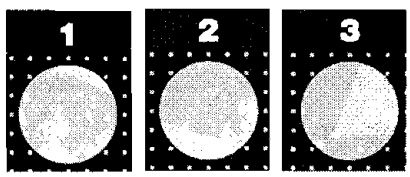
Das Erreichen des SETPOINTS wird akustisch dem Anwender mitgeteilt. Gleichzeitig wechselt die Grafik. Die Proben werden in den Probenhalter eingeführt.

Die Kapillaren müssen vor dem Drücken der Start-Taste eingeführt werden.

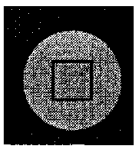


Durch erneutes Drücken der START-Taste wird das Temperaturprogramm zwischen SET- und MAXPOINT gestartet und das Display wechselt in die Detektionsphase.
(sofern Auto-Start ausgeschaltet ist, siehe 5.9)

TEMPERATURE: 135.6 °C
GR 2.0 °C
MP 145 °C



Die Proben werden bei Bedarf durch die Lupe beobachtet. Der Schmelzpunkt wird durch Drücken der SAMPLE-Tasten 1/2/3 festgehalten. Jedes Drücken der SAMPLE-Tasten wird durch einen Piepston quittiert und mit einer Anzeige auf dem Bildschirm bestätigt. Pro Probe können max. 3 Zustandsänderungen in den Speicher übernommen werden.



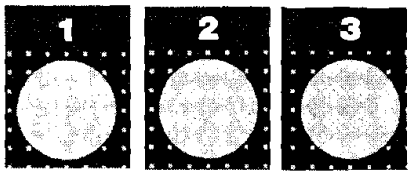
Nach Erreichen des vorgewählten MAXPOINT, kühlt das Gerät automatisch auf den vorher verwendeten SETPOINT ab.
Das Temperaturprogramm kann vor Erreichen der MAXPOINT-Temperatur durch Drücken der STOP-Taste angehalten werden. Auch in diesem Fall kühlt das Gerät auf den vorher gewählten SETPOINT ab und zeigt die automatisch sowie die eventuell manuell ermittelten Werte an, sofern STOP nach Beendigung des Schmelzvorgangs gedrückt wurde.

A SAMP1 SAMP2 SAMP3
U 142.0 142.1 142.1 °C
T
AVG: 142.1 SD: 0.05

Samp 1:
Automatisch ermittelter Wert für Substanz in Kapillare 1

Durch Drücken der NEXT-Taste können die visuell ermittelten Werte auf dem Bildschirm dargestellt werden.

M	SAMP1	SAMP2	SAMP3
A	XXX.X	XXX.X	XXX.X °C
N	XXX.X	XXX.X	XXX.X °C
	XXX.X	XXX.X	XXX.X °C



Durch Drücken der Sample Taste1 lässt sich der Verlauf der Transmission für den Schmelzpunkt der Probe grafisch darstellen.

SAMPX (°C)	AUTO:	142.0
	MAN :	141.9
		142.1
		XXX.X

Auto: Automatisch ermittelter Wert
(hier thermodynamisch bestimmt)
Man.: Manuell ermittelter Wert

Der so ermittelte Schmelzpunkt ist ca. 25 °C zu hoch, ist aber ausreichend für eine genauere Bestimmung.
(Siehe Kapitel 5.5.5)

Durch Drücken der MENÜ Taste kann die Bestimmung wiederholt werden.

Durch Drücken der STOP Taste kühlt das Gerät auf Raumtemperatur ab

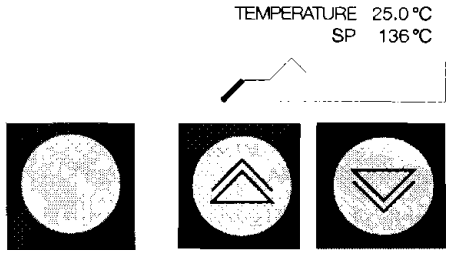
5.7.3 Änderungen der Parameter während einer Bestimmung

Sehr oft stellt der Anwender mitten in einer Bestimmung fest, dass seine gewählten Parameter angepasst werden müssen, weil z.B. der SETPOINT oder der MAXPOINT zu tief liegen oder der GRADIENT zu langsam abläuft. Um diese Parameter anzupassen, muss die Bestimmung nicht von Beginn an wiederholt werden.
Folgende Änderungen sind möglich:

Änderungen vor Erreichen des SETPOINT
SETPOINT kann angepasst werden.
Bestimmung kann abgebrochen werden.
(Abkühlen auf Raumtemperatur)

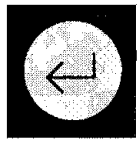
Änderungen im Bereitmodus
MAXPOINT kann angepasst werden.
GRADIENT kann angepasst werden.
Bestimmung kann abgebrochen werden.
(Abkühlen auf Raumtemperatur)

Änderungen zwischen SETPOINT und MAXPOINT
MAXPOINT kann angepasst werden.
GRADIENT kann angepasst werden.
Bestimmung kann abgebrochen werden.
(Abkühlen auf Raumtemperatur)

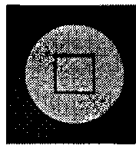


Änderungen vor Erreichen des SETPOINT
Problem: SETPOINT zu tief gewählt

MENÜ-Taste drücken:
Das Feld für die SETPOINT-Temperatur beginnt zu blinken, und kann über UP/DOWN/NEXT Tasten erhöht werden.



Die neue SETPOINT-Temperatur wird mit ENTER bestätigt und das Gerät kehrt in den Bestimmungmodus zurück.

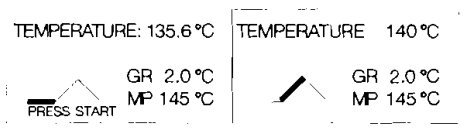


Problem: Die Bestimmung soll abgebrochen werden.

Die Bestimmung wird abgebrochen. Das Gerät kühlt auf Raumtemperatur ab.

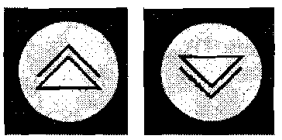
Änderungen im Bereitmodus

Änderungen zwischen SETPOINT und MAXPOINT
Problem: Temperatur-GRADIENT und/oder MAXPOINT zu tief gewählt

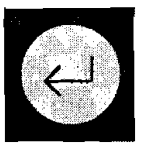


MENÜ-Taste drücken:
Das Feld für den Temperatur-Gradienten beginnt zu blinken, und kann über UP/DOWN Tasten erhöht werden.

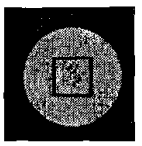
Der neue Temperatur-GRADIENT wird mit ENTER bestätigt und die MAXPOINT Temperatur blinkt.



Die MAXPOINT Temperatur kann über UP/DOWN Tasten erhöht werden.



Der neugewählte MAXPOINT wird wird mit ENTER bestätigt und das Gerät kehrt in den Bestimmungmodus zurück.



Problem: Die Bestimmung soll abgebrochen werden

Die Bestimmung wird abgebrochen. Das Gerät kühlt auf Raumtemperatur ab.

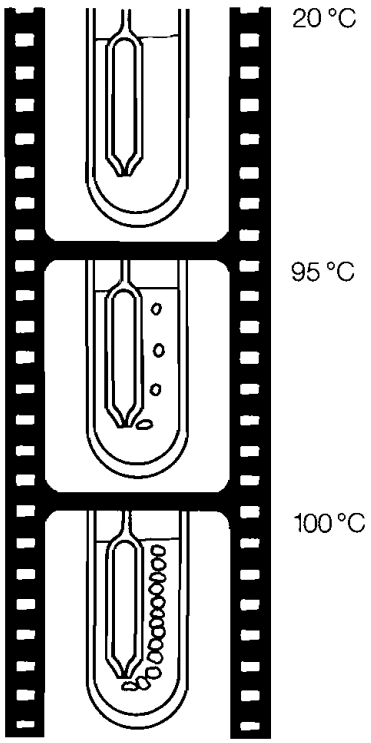


Bild 12: Siedepunktbestimmung

5.8 Siedepunktbestimmung

Die Probenflüssigkeit wird 5–10 mm hoch in das Probenröhrchen I.D. 2.25 mm eingefüllt. Das Einfüllen der Probenflüssigkeit kann mit einer Spritze vereinfacht durchgeführt werden. Die Siedekapillare wird mit dem dicken Ende voran in die Probe eingetaucht.

Der Hauptschalter wird eingeschaltet.

Das Probenröhrchen wird in den Probenhalter eingesetzt. Die für die Siedepunktbestimmung vorgesehene Position liegt ganz links bzw. ganz rechts im Probenhalter.

Ist der ungefähre Siedepunkt nicht bekannt, so wird analog der Schmelzpunktbestimmung, Abschnitt 5.6 eine schnelle Orientierungsbestimmung durchgeführt.

Ist der ungefähre Siedepunkt bekannt, so wird analog der Schmelzpunktbestimmung, Abschnitt 5.5, eine Bestimmung durchgeführt.

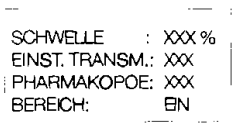
Der Siedepunkt ist dann erreicht, wenn sich am eingetauchten Kapillarenende ein rascher, kontinuierlicher Blasenstrom bildet (wie eine Perlenkette).

Die Siedepunktbestimmung ist nur visuell möglich.
(nicht automatisch)

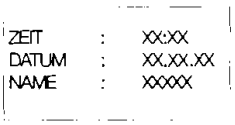
5.9 Gerätekonfiguration

Subparameter sind Grundeinstellungen, die der Anwender einmal bei der Inbetriebnahme einstellt. Diese sind in Untermenüs (Konfiguration) zu finden.
Der Einstieg in diese Untermenüs erfolgt über die Taste MENÜ, die für diesen Zweck 3 Sekunden lang gedrückt werden muss. Nach erfolgtem Einstieg ins erste Untermenü kann mittels Drücken der MENÜ-Taste durch die einzelnen Menüfenster geblättert werden.

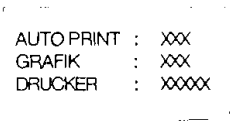
5.9.1 Übersicht über die Konfigurations-Menüs



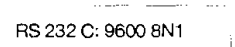
Büchi definiert den Schmelzpunkt bei einer Lichtdurchlässigkeit von 40%. Dieser Schwellenwert kann angepasst werden. Der Schmelzbereich wird von Büchi definiert als der Temperaturbereich zwischen 1% und 90% Lichtdurchlässigkeit. Diese Schwellenwerte können jedoch verändert werden.



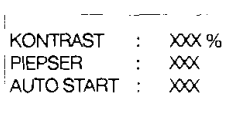
Menüfenster zur Einstellung von Daten wie sie auf dem Ausdruck erscheinen sollen.
Zeit: Uhrzeit
Datum: Datum
Name: Firmenname



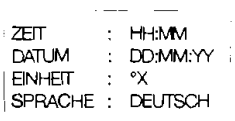
Menüfenster zur Einstellung der Darstellungen, die auf dem Ausdruck erscheinen sollen.
Autoprint: autom. Ausdrucken n. jeder Bestimmung ja/nein
Graphic: Darstellung der Kurve über Lichtdurchlässigkeit ja/nein
Printer: Wahl des verwendeten Printers
Tastatur: Wahl der Tastatur



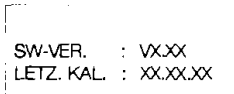
Menüfenster zur Einstellung der seriellen Schnittstelle zur PC-Verbindung.



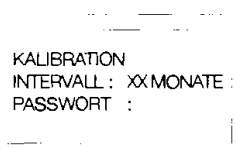
Menüfenster zu Geräteeinstellungen
Kontrast: Einstellungen des LCD-Displays
Piepser: Piepston ein / aus
Autostart: Nein / Ja
Detektion. Nein / Ja; Ein- / Ausschalten der Automatik



Menüfenster zu Grundeinstellungen
Zeit: Uhrzeit in 12-er oder 24-er Schritten
Datum: Amerik. oder Europ. Datumsangabe
Einheit: Temperaturangabe in °C oder °F
Sprache: Deutsch / English / Francais



SW-Version: Indikation der eingebauten Software
Letz. Kal: Datum der letzten Kalibration



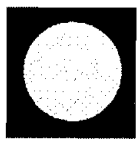
Intervall: Zeitspanne bis das Gerät dem Anwender die Wiederholung der Kalibration mitteilen soll.
Passwort: Einstieg in Menü-Ebene für die Kalibration des Gerätes durch den Anwender

5.9.2 Änderung der Transmission zur automatischen Erkennung des Schmelzpunktes/-bereichs

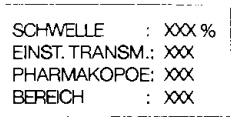
Im vorderen Teil der Messzelle befindet sich eine IR-Lichtquelle, welche die Proben beleuchtet. Hinter der Probe sind 3 Photodioden positioniert, die das verbleibende Durchlicht messen. Solange die Proben nicht geschmolzen sind, liegt die Lichtdurchlässigkeit bei nahezu Null. Bei Erreichen des Schmelzpunktes nimmt diese Lichtdurchlässigkeit stark zu. Dieser Effekt wird zur automatischen Erkennung des Schmelzpunktes/-bereichs verwendet.

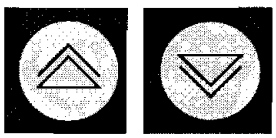
Das Gerät ist werkseitig auf 40% Lichtdurchlässigkeit zur automatischen Detektion des Schmelzpunktes eingestellt. Diese 40% können vom Anwender korrigiert werden, wenn er bei einer visuellen Überprüfung den Schmelzpunkt höher oder tiefer festgelegt hätte.

Zur Bestimmung des Schmelzbereichs gibt es eine untere und eine obere Transmissionsschwelle, die beide variiert werden können. Werkseitig wurde das Gerät auf eine untere Schwelle von 1% und eine obere Schwelle von 90% Lichtdurchlässigkeit eingestellt.



Die MENÜ- Taste wird für 3 Sekunden gedrückt, um in den Bereich der Untermenüs zu kommen.

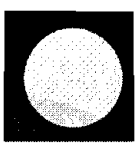




Durch Drücken der UP/DOWN-Tasten kann die Höhe der Lichtdurchlässigkeit, welche zukünftig für alle automatischen Schmelzpunkterkennungen gelten soll, verändert werden.

Falls der Schmelzbereich bestimmt wird (BEREICH: EIN, erscheint im Display die untere Transmissionsschwelle zur Einstellung. Das Drücken der "NEXT"-Taste lässt im Display die obere Transmissionsschwelle aufleuchten, welche ebenfalls variiert werden kann.

Durch Drücken der ENTER-Taste gilt für alle neuen Bestimmungen der neu eingegebene Wert.

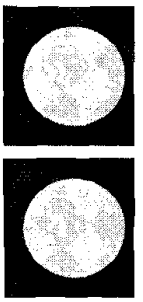


Um zum Hauptmenü 1 zurückzukehren, muss die MENÜ-Taste wieder für 3 Sekunden gedrückt werden.

5.9.3 Abänderung von Uhrzeit, Datum, Firmennamen

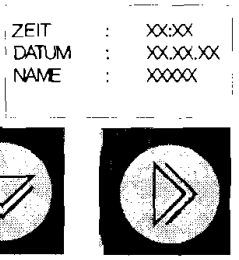
Falls Sie das Gerät mit einem Drucker verbinden, können die Schmelzpunkte mit anderen Parametern ausgedruckt werden. Damit diese Printouts besser zugeordnet werden können, erscheint auf jedem Ausdruck:

- der eigene Firmenname
- die Uhrzeit der Bestimmung
- das Datum der Bestimmung

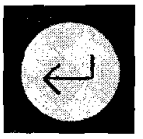


Die MENÜ-Taste wird für 3 Sekunden gedrückt um in den Bereich der Untermenüs zu kommen.

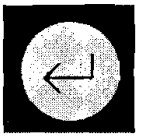
Die Menü-Taste wird ein zweites Mal gedrückt um ins Menüfenster, zur Einstellung von Daten wie sie auf dem Ausdruck erscheinen sollen, zu wechseln



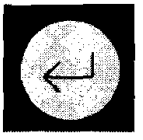
Durch Drücken der UP/DOWN Tasten werden die einzelnen Ziffern gewechselt, durch Drücken der NEXT-Taste wird die waagrechte Position des Cursors geändert.



Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Datumfeld gewechselt und dieses in gleicher Art wie oben beschrieben angepasst.



Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Feld für den Firmennamen gewechselt und dieses in gleicher Art wie oben beschrieben angepasst.



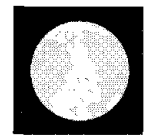
Durch Drücken der ENTER-Taste gilt für alle neuen Bestimmungen der neu eingegebene Firmennamen.

Um zum Hauptmenü 1 zurückzukehren, muss die MENÜ-Taste wieder für 3 Sekunden gedrückt werden.

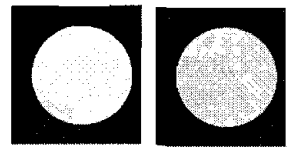
5.9.4 Automat. Ausdruck nach jeder Bestimmung, Ausdruck der Transmissionskurve, Druckerwahl, Tastaturwahl

In diesem Menü können die folgenden Einstellungen vorgenommen werden:

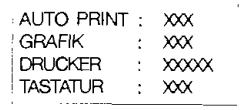
- Soll nach jeder Bestimmung automatisch ein Ausdruck auf dem Printer erfolgen
- Soll auf jedem Ausdruck die Transmissionskurve mitausgedruckt werden
- Wahl des angeschlossenen Druckers
- Wahl der verwendeten Tastatur

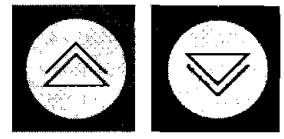


Die MENÜ-Taste wird für 3 Sekunden gedrückt um in den Bereich der Untermenüs zu kommen.

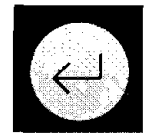


Die MENÜ-Taste wird zweimal gedrückt, um in das Menüfenster zu wechseln

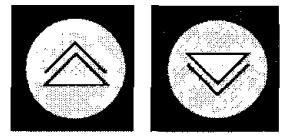




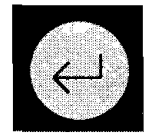
Durch Drücken der UP/DOWN Taste wird durch JA der automatische Ausdruck nach jeder Bestimmung aktiviert, und durch NEIN ausser Funktion gesetzt.



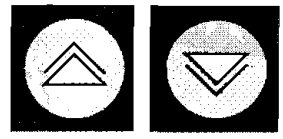
Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Grafikfeld gewechselt.



Durch Drücken der UP/DOWN Tasten wird durch JA der automatische Ausdruck der Transmissionskurve aktiviert und durch NEIN verhindert.

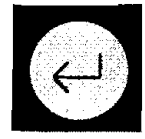


Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Printerfeld gewechselt.

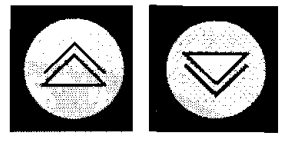


Durch Drücken der UP/DOWN Taste wird der verwendete Printer ausgewählt:

- CITIZEN
- EPSON (auch Canon und Seiko)
- Hewlett Packard
- STAR
- KEIN

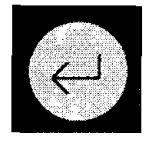


Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Tastaturfeld gewechselt.

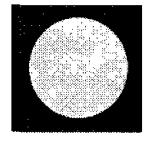


Durch Drücken der UP/DOWN-Tasten kann die Tastatur gewählt werden:

- German
- USA



Durch Drücken der ENTER-Taste wird die Auswahl der Tastatur gespeichert.

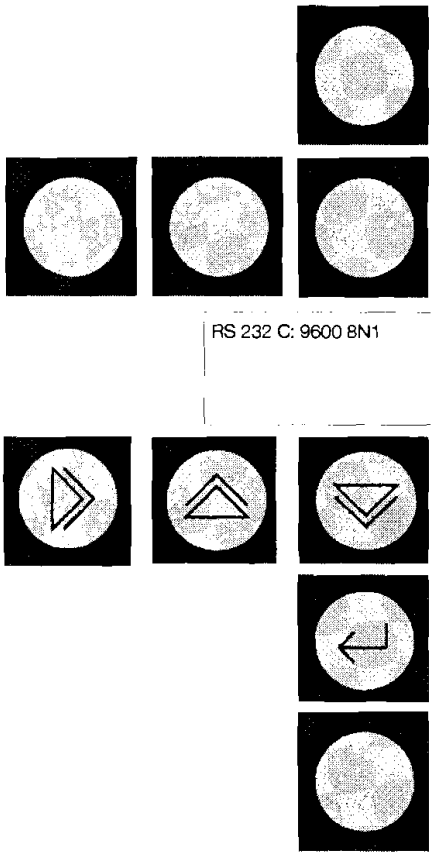


Um zum Hauptmenü zurückzukehren, muss die MENÜ-Taste wieder für 3 Sekunden gedrückt werden.

5.9.5 Definition der RS-232 C Schnittstellen-Parameter

In diesem Menü können Sie die folgende Parameter der RS232 Schnittstelle verändert bzw. angepasst werden:

- Übertragungsgeschwindigkeit (Baud-Rate)
- Länge des Datenwortes
- Parität
- Anzahl Stopbits



Die MENÜ-Taste wird für 3 Sekunden gedrückt, um in den Bereich der Untermenüs zu kommen.

Die MENÜ-Taste wird dreimal gedrückt, um in das Menüfenster zu wechseln

Durch Drücken der UP/DOWN/NEXT-Taste können die RS232 C-Parameter ausgewählt werden.

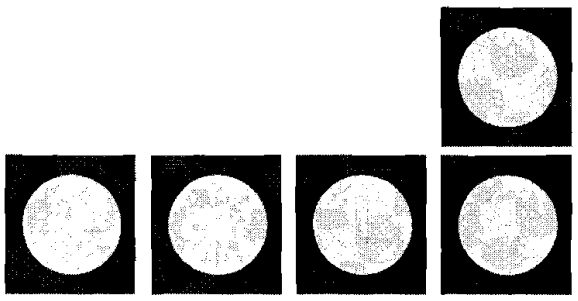
Durch Drücken der ENTER-Taste werden die neuen Parameter übernommen.

Um zum Hauptmenü 1 zurückzukehren, muss die MENÜ-Taste wieder für 3 Sekunden gedrückt werden.

5.9.6 Displayeinstellungen, Ein-/Ausschalten Piepston

In diesem Menü können die folgenden Einstellungen vorgenommen werden:

- Kontrast im Display verstärken, schwächen
- Piepston ein-/ausschalten



Die MENÜ-Taste wird für 3 Sekunden gedrückt, um in den Bereich der Untermenüs zu kommen.

Die MENÜ-Taste wird viermal gedrückt, um in das Menüfenster zu wechseln.

KONTRAST	:	XXX %
PIEPSER	:	XXX
AUTO START	:	XXX
DETEKTION	:	XXX

Menüfenster zu Geräteeinstellungen:

- KONTRAST: Einstellungen des LCD-Displays
- PIEPSER: (Piepston Ein/Aus)
- AUTOSTART:

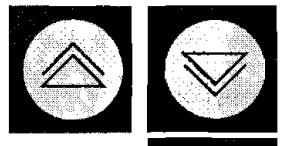
JA: Direkter Übergang nach Erreichen des SETPOINT in die Detektionsphase, ohne dass ein zweites Mal START gedrückt werden muss.

NEIN: Nach Erreichen des SETPOINT muss zum Übergang in die Detektionsphase ein zweites Mal START gedrückt werden.

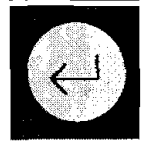
- DETEKTION:

JA:
Die Bestimmung erfolgt automatisch. Dies bedingt, dass nach dem Schmelzvorgang die Bestimmung automatisch abgebrochen wird, falls sich die Transmission während 30 sec. nicht ändert. Zusätzlich werden die zur Erstellung einer Grafik benötigten Werte aufgenommen.

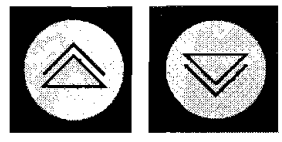
NEIN:
Die Automatik ist ausgeschaltet. Die Bestimmung des Schmelzpunktes/-bereichs erfolgt manuell und wird erst nach Erreichen des MAXPOINT abgebrochen. Während des Schmelzvorgangs werden keine Daten aufgenommen und dementsprechend kann keine Grafik erstellt werden.



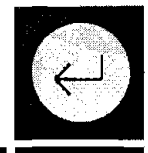
Durch Drücken der UP/DOWN-Taste wird der Kontrast verstärkt oder abgeschwächt.



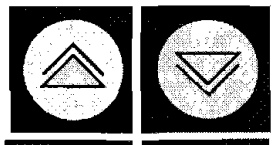
Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Piepserfeld gewechselt.



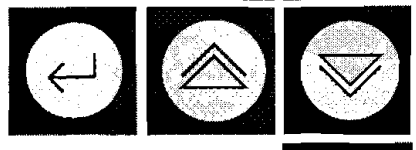
Durch Drücken der UP/DOWN Tasten wird bei EIN der Piepston belassen, und bei AUS ausser Funktion gesetzt.



Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das AUTO START-Feld gewechselt.



Durch Drücken der UP/DOWN Tasten erfolgt bei JA zukünftig ein direkter Übergang in die Detektionsphase, ohne dass ein zweitesmal START gedrückt werden muss.



Durch Drücken der UP/DOWN Tasten erfolgt bei:
JA: eine automatische Detektion
NEIN: eine manuelle Bestimmung

Um zum Hauptmenü zurückzukehren, muss die MENÜ-Taste wieder für 3 Sekunden gedrückt werden.

5.10 Fehlerbehebung

Problem	Grund	Lösung
Bei der automatischen Schmelzpunktbestimmung werden kein Wert und keine Transmissionskurve ermittelt	• Probe ist nicht stabil, zersetzt sich, wird braun oder schmilzt inhomogen • Die Temperaturparameter sind falsch eingegeben und die Probe schmilzt gar nicht	• z.B. Maxpoint höher wählen
Manchmal kein oder nur 1 oder 2 Resultate anstelle von 3 Resultaten.	• START-Taste wurde gedrückt bevor alle Proberöhrchen eingeführt wurden.	• Zuerst alle Proberöhrchen in Ofen einführen dann START-Taste drücken. Proberöhrchen anschliessend nicht mehr bewegen.
Schmelzpunkt wird zwar gemessen, stimmt aber nicht	*Probenvorbereitung* • schlecht gefüllte Kapillare (kann zu Blasenbildung führen, so dass der Schmelzpunkt zu früh erfasst wird) • Einsatz falscher Kapillaren	• gutes Verdichten der Substanz in der Kapillare (durch Klopfen des Röhrchens auf harter Unterlage) • Verwendung von Büchi Standardkapillaren mit korrekten Massen
	Probenspezifische Vorbereitungen • Probe ist nicht trocken oder mit anderer Substanz verunreinigt • Probe zersetzt sich während des Schmelzvorganges (Blasenbildung, Probe wird braun etc)	• vorgängiges Trocknen der Probe
	Geräte-Parameter • Gerät ist nicht oder schlecht kalibriert • Setpoint liegt zu nahe am Schmelzpunkt • Inkorrekte Einstellung der Transmission • Gradient ist zu gross gewählt • Modus "nach Pharmakopöe" oder "thermodynamische Schmelzpunktbest." ist falsch gewählt	• regelmässige Geräte-Kablibration mit Büchi Kalibriersubstanzen • Setpoint 5 - 10 °C unter Schmelzpunkt wählen • angepasste Gradientenwahl (≤ 0.5° C/min. für extakte Messungen) • Ändern des entsprechenden Parameters

Tabelle 4: Fehlerbehebung

6 Wartung

Alle Vorschriften, welche darauf abzielen, das Schmelzpunktgerät in funktionstüchtigem Zustand zu erhalten, sind zu beachten.
Dazu gehört auch eine periodische Reinigung und Überprüfung auf allfällige Beschädigungen. Gleichfalls empfiehlt sich eine periodische Kalibration des Gerätes mit Eichsubstanzen.

6.1 Reinigung

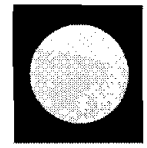
Das Schmelzpunktbestimmungsgerät B-545 kann mit einem trockenen oder alkoholfeuchten Lappen gereinigt werden (Gerät und Linse). Zum Reinigen dürfen keine chlorierten Lösungsmittel, Aceton oder ähnliches verwendet werden.

6.2 Unterhalt

Der Unterhalt des Gerätes beschränkt sich vorallem auf:
- periodische Kalibration der Transmission
- periodische Kalibration der Temperatur

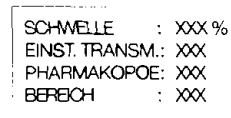
6.2.1 Periodische Kalibration der Transmission

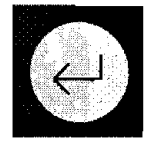
Im vorderen Teil der Messzelle befindet sich eine IR-Lichtquelle, welche die Proben beleuchtet. Hinter der Probe sind 3 Photo-Dioden positioniert, die das verbleibende Durchlicht messen. Solange die Proben nicht geschmolzen sind, liegt deren Lichtdurchlässigkeit bei nahezu Null. Bei Erreichen des Schmelzpunktes nimmt die Lichtdurchlässigkeit stark zu. Dieser Effekt wird zur automatischen Schmelzpunkterkennung verwendet. Transmissionen müssen von Zeit zu Zeit mit leeren Kapillaren nachkalibriert werden.



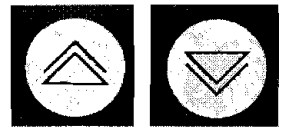
MENÜ-Taste für ca. 3 Sekunden drücken.

Es dürfen sich keine Kapillaren im Ofen befinden!





Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Feld „Einst. Transm." gewechselt.



Durch Drücken der UP/DOWN Taste wird die Anzeige auf JA gebracht

```
SCHWELLE      : XXX %
EINST. TRANSM.: XXX
LEERE ROEHRCHEN
     EINSETZEN!
```

3 leere, saubere Kapillaren in den Ofen einführen.

Durch Drücken der ENTER Taste wird die Transmissions-Kalibrierung durchgeführt.

```
SCHWELLE      : XXX %
EINST. TRANSM.: XXX
LEERE ROEHRCHEN
EINSETZEN! NOCHMALS!
```

Wurden keine Kapillaren in den Ofen eingeführt, so kann die Kalibrierung der Transmission nicht durchgeführt werden. Das Gerät ist in der Lage, diesen Fehler selber zu erkennen und fordert den Anwender auf, diesen Fehler zu korrigieren und den Vorgang zu wiederholen.

```
SCHWELLE      : XXX %
EINST. TRANSM.: XXX
PHARMAKOPOE: XXX
BEREICH       : XXX
```

Wurde die Einstellung der Transmission erfolgreich durchgeführt, kehrt die Anzeige in das vorherige Menü zurück. (Einst. Transm.: NEIN)

Um zum Hauptmenü 1 zurückzukehren, muss die MENÜ-Taste wieder für 3 Sekunden gedrückt werden.

```
TEMPERATURE: 25.0°C
  SETPOINT :  100°C
  GRADIENT :  2.0°C
  MAXPOINT :  120°C
```

6.3 Kalibration des Gerätes mit Referenzsubstanzen

Die Überprüfung des Gerätes muss periodisch mit Referenzsubstanzen erfolgen. Die gemessenen Schmelzpunkte werden hierbei mit den Soll-Schmelzpunkten verglichen. Bei einer Abweichung der beiden Werte voneinander kann die Temperaturmessung im Heizblock des Gerätes über Korrekturwerte angepasst werden.
Die Korrekturfaktoren werden im permanenten Speicher abgelegt und können jederzeit wieder durch den Benutzer korrigiert werden. Diese Anpassung ändert nichts an den Grundeinstellungen der werkseitig vorgegebenen Korrekturfaktoren, die zur Temperaturmessung im Heizblock verwendet werden.

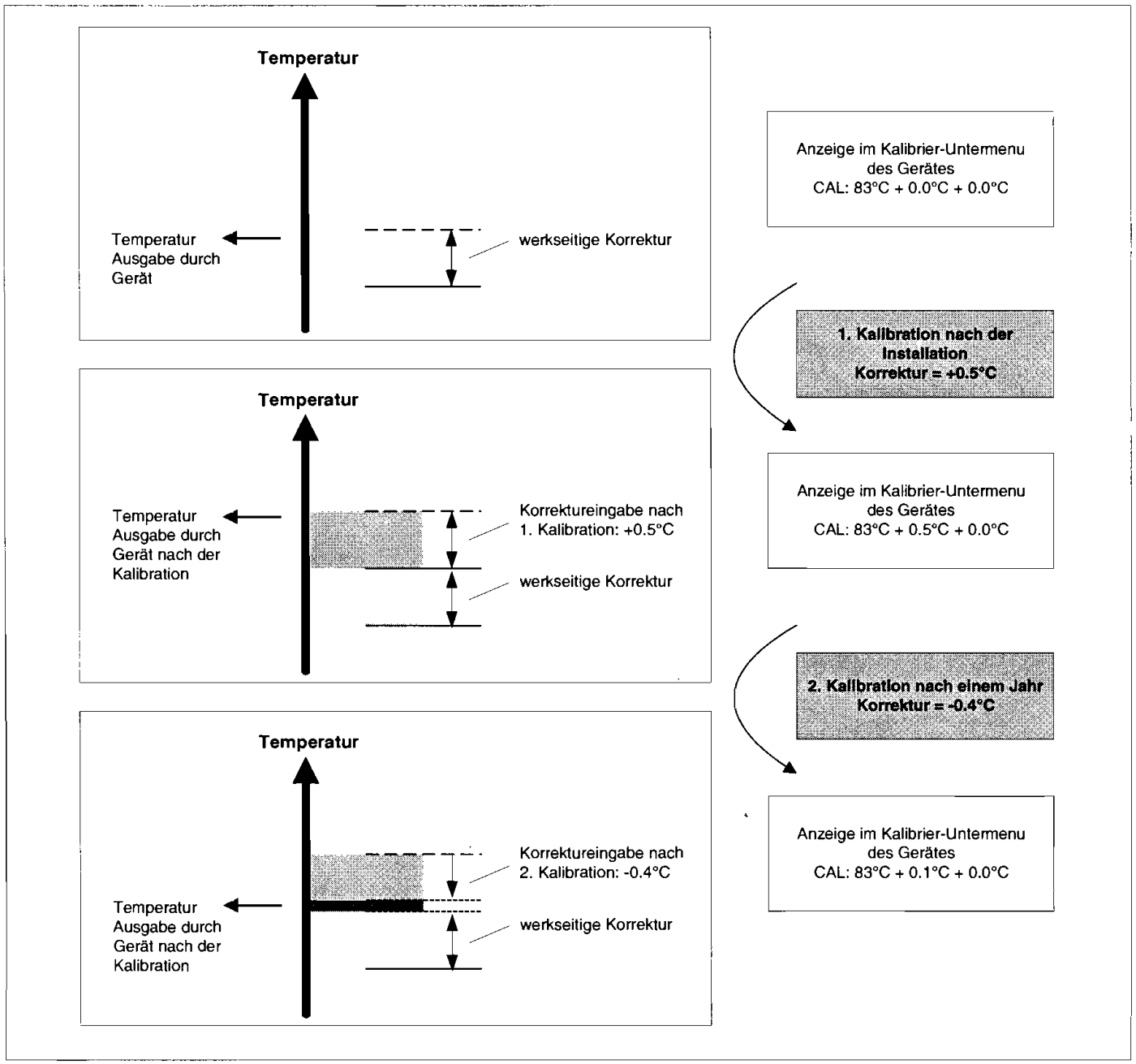

Temperatur
Temperatur Ausgabe durch Gerät
werkseitige Korrektur
Anzeige im Kalibrier-Untermenu des Gerätes CAL: 83°C + 0.0°C + 0.0°C
1. Kalibration nach der Installation Korrektur = +0.5°C
Temperatur
Temperatur Ausgabe durch Gerät nach der Kalibration
Korrektureingabe nach 1. Kalibration: +0.5°C
werkseitige Korrektur
Anzeige im Kalibrier-Untermenu des Gerätes CAL: 83°C + 0.5°C + 0.0°C
2. Kalibration nach einem Jahr Korrektur = -0.4°C
Temperatur
Temperatur Ausgabe durch Gerät nach der Kalibration
Korrektureingabe nach 2. Kalibration: -0.4°C
werkseitige Korrektur
Anzeige im Kalibrier-Untermenu des Gerätes CAL: 83°C + 0.1°C + 0.0°C

Bild 13: Korrekturfaktoren schematisch

Folgende Referenzsubstanzen sind für die Kalibration des Schmelzpunktgerätes B-545 vorgesehen:

Vanillin	Soll-Schmelzpunkt	ca. 83°C
Phenacetin	Soll-Schmelzpunkt	ca. 136°C
Koffein	Soll-Schmelzpunkt	ca. 237°C

Wir empfehlen die Verwendung der Referenzsubstanzen aus dem Kalibrationsset, Büchi Art. Nr. 037454.

6.3.1 Durchführung der Schmelzpunktbestimmung für die Kalibration

- Die Kalibration des Instrumentes sollte mindestens einmal jährlich durchgeführt werden.
- Die Referenzsubstanzen müssen vor Licht geschützt in einem Exsikkator über Trocknungsmittel bei Raumtemperatur (15-25°C) aufbewahrt werden.
- Das Verfalldatum muss geprüft werden und gegebenenfalls müssen die Referenzsubstanzen ersetzt werden.
- Die Soll-Schmelzpunkte der Referenzsubstanzen sind bekannt. Ein Analysenzertifikat ist vorhanden und beschreibt, wie die Soll-Schmelzpunkte bestimmt wurden.
- Vor der Schmelzpunktbestimmung wird eine Kalibration der Transmission durchgeführt (siehe Kapitel 6.2.1).
- Es sollten nur Schmelzpunktröhrchen Büchi Artikel Nummer 017808 bzw. 001759 verwendet werden.
- Pro Referenzsubstanz werden gleichzeitig drei Messungen durchgeführt.

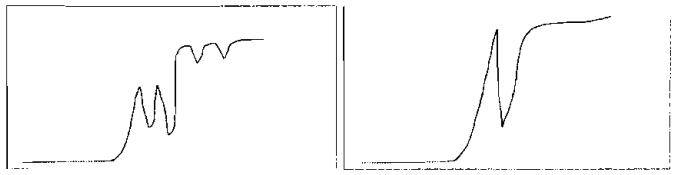
Empfehlung:
Die Substanzen in einem Mörser pulverisiert, Füllhöhe 4-5 mm, möglichst kompakt durch Klopfen der gefüllten Kapillaren auf einer harten Oberfläche.

Gradient: 0.5°C/min
Setpoint 5°C unter dem erwarteten Schmelzpunkt
Pharmacopöe Modus
Automatische Detektion bei 40%

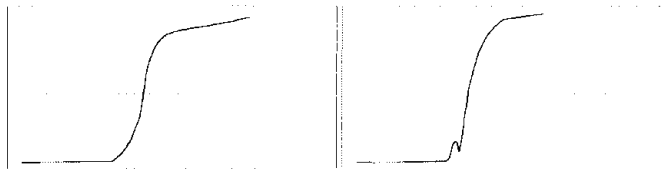
6.3.2 Beurteilung der Schmelzpunktbestimmung

Sämtliche Messungen müssen nach strengen Kriterien beurteilt und auf ihre Verwendbarkeit überprüft werden.
Im Zweifelsfall muss die Messung wiederholt werden. Eventuell sind neue Substanzen zu verwenden. Der Verlauf der Transmission entspricht den Anforderungen:

Beispiel: Diese Messungen müssen wiederholt werden.



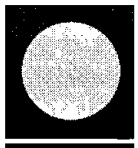
Beispiel: Diese Messungen sind akzeptabel.



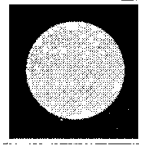
Der Mittelwert wird berechnet und die Standardabweichung aus total 3 Messungen beträgt maximal <0.3°C.

6.3.3 Korrektureingaben

Nach gründlicher Prüfung der erhaltenen Schmelzpunkt-Mittelwerte werden diese mit den erwarteten Sollwerten verglichen und falls notwendig die entsprechenden Korrekturen eingegeben. Wir empfehlen nur Korrekturen bei Fehlern ≥ +/- 0.3°C durchzuführen.

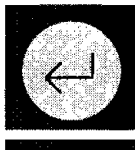


MENÜ-Taste für ca. 3 Sekunden drücken.

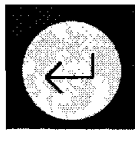


MENÜ-Taste nochmals 7mal drücken um ins Kalibrationsfenster zu kommen.

KALIBRATION
INTERVALL : XX MONATE
PASSWORT :



Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Feld PASSWORT gewechselt und das Passwort für die Kalibration eingegeben: **CAL**



Durch Drücken der ENTER-Taste wird in die Kalibration eingestiegen.

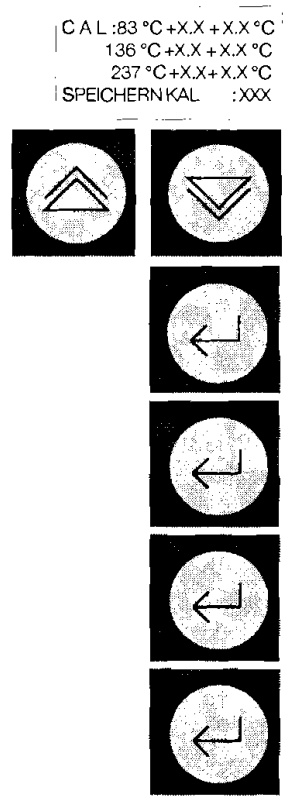
Berechnung der Korrektur

Der Soll-Schmelzpunkt ist auf der Referenzsubstanz angegeben. Falls ein Intervall angegeben wird, ist dessen Mitte der Soll-Schmelzpunkt.

Korrektur =
Soll-Schmelzpunkt minus gemessener Mittelwert

Beispiele:

- Der Soll-Schmelzpunkt von Vanillin sei 83.0°C. Mit dem BÜCHI Melting Point B-545 wurde ein Schmelzpunkt von 82.3°C gefunden. Korrektur: 83.0°C - 82.3°C = +0.7°C
- Der Soll-Schmelzpunkt von Vanillin sei 83.0°C. Mit dem BÜCHI Melting Point B-545 wurde ein Schmelzpunkt von 83.3°C gefunden. Korrektur: 83.0°C - 83.3°C = -0.3°C



Nun können für die drei Kalibriersubstanzen die jeweiligen Korrekturen eingegeben werden. Die mittlere Spalte zeigt dabei die aktuelle Korrektur an, in der rechten Spalte wird nun die neue Korrektur eingegeben.

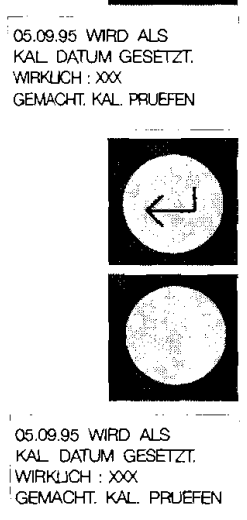
Durch Drücken der UP/DOWN Tasten wird die nötige Korrektur bei 83 °C eingegeben.

Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf den 2. Temperaturwert gewechselt und dieser analog angepasst.

Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf den 3. Temperaturwert gewechselt und dieser analog angepasst.

Durch Drücken der ENTER-Taste wird auf das Feld SPEICHERE KAL: gewechselt und dessen Anzeige auf JA mittels UP/DOWN Taste gebracht.

Durch Drücken der ENTER-Taste wird die neue Kalibration bestätigt.



Zur Sicherheit wird der Anwender ein weiteres Mal gefragt, ob die Korrekturfaktoren gespeichert werden sollen. Ist dies der Fall, so wird die Anzeige auf JA gebracht und dies mit der ENTER Taste bestätigt werden.

Durch Drücken der MENÜ-Taste erfolgt der Ausstieg aus dem Kalibrier-Menü.

Nun muss eine Überprüfung der Kalibration mit Verifikationssubstanzen durchgeführt werden (Kapitel 6.3.4).

6.3.4 Kontrollmessung

Die Überprüfung der Kalibration erfolgt mit Verifikationssubstanzen. Wir empfehlen hierzu das Set Verifikationssubstanzen Büchi Artikel Nummer 037667 zu verwenden.
Es ermöglicht mittels vier verschiedener Substanzen die Kontrolle bei folgenden Temperaturen:

Substanz	Temperatur
1,8-Octandiol	Ca. 60°C
Meta-Toluylsäure	Ca. 110°C
Sulfanilamid	Ca. 165°C
Phenolphtalein	Ca. 260°C

Die Durchführung der Messungen erfolgt mit den gleichen Messparametern wie in Kapitel 6.3.1 empfohlen.
Der Schmelzpunkt jeder Referenzsubstanz muss mindestens mit drei gleichzeitig durchgeführten Messungen kontrolliert werden. Die Standard Abweichungen sollten weniger als 0.3°C betragen. Die Abweichungen des Mittelwertes vom Soll-Schmelzpunkt sollten maximal nicht mehr betragen als:

Substanz	Tolerierte Abweichung
1,8-Octandiol	0.4°C
Meta-Toluylsäure	0.4°C
Sulfanilamid	0.5°C
Phenolphtalein	0.6°C

Sämtliche Messresultate der Kalibration, die eingegebenen Korrekturfaktoren und Kontrollmesswerte sollten dokumentiert und archiviert werden. Dies ermöglicht eine spätere Kontrolle und Nachvollziehbarkeit der Kalibration.

6.4 Kundendienst

Eingriffe am oder im Gerät dürfen nur durch autorisiertes Servicepersonal erfolgen. Das sind Personen mit einer fundierten technischen Berufsausbildung und Kenntnissen der Gefahren, die sich aus der Nichtbeachtung von Sicherheitsvorkehrungen ergeben. Büchi Kundendienststellen verfügen über ein gerätespezifisches Service-Manual, welches nur durch autorisiertes Personal bezogen werden kann. Die Adressen der offiziellen Büchi-Kundendienststellen sind auf der letzten Umschlagseite dieser Betriebsanleitung angegeben. Wenden Sie sich bitte bei Störungen oder technischen Fragen sowie Anwendungsproblemen an diese Stellen.

Der Kundendienst der Firma Büchi steht für folgende Dienstleistungen bereit:

- Ersatzteildienst (Bitte beziehen Sie sich auf die in der Ersatzteilliste im Anhang aufgeführten Artikelnummern)
- Reparaturdienst
- Wartungsdienst
- Technische Beratung

7 Ausserbetriebnahme

Das Gerät muss gründlich gereinigt werden.

7.1 Lagerung/Transport

Das Gerät ist in gereinigtem Zustand in der Originalverpackung aufzubewahren und zu transportieren.

7.2 Entsorgung

Damit das Schmelzpunktgerät möglichst umweltgerecht entsorgt werden kann, befindet sich in Kapitel 9, Anhang, eine Auflistung der Materialien der wichtigsten Teile, welche zum Teil mit Materialcodes versehen sind. Dadurch ist gewährleistet, dass die Teile getrennt der Wiederverwertung zugeführt werden können. Für die Entsorgung von elektronischen Teilen verweisen wir auf die entsprechenden Richtlinien. Im übrigen sind zur Entsorgung die regionalen und örtlichen Gesetze zu beachten.

8 Ersatzteile

Nur Büchi Originalzubehör und Ersatzteile gewährleisten Gebrauchssicherheit und Funktionstüchtigkeit des Gerätes. Die Verwendung von anderen als Büchi-Ersatzteilen und Zubehör ist nur mit Zustimmung des Herstellers gestattet. Für Montage- bzw. Demontagezwecke dürfen Ersatzteile nur im Zusammenhang mit Kapitel 6, Wartung, dieser Betriebsanleitung verwendet werden. Die Fertigung nach diesem Handbuch ist verboten.

8.1 Ersatzteile

Bezeichnung	Bestell-Nr.
Schutzhülle	**36625**
Kurzbedienungsanleitung Deutsch	**96635**
Kurzbedienungsanleitung Englisch	**96636**
Kurzbedienungsanleitung Französisch	**96661**
2 Stopfdrähte	**36721**
Kapillarenhalter aus Kunststoff	**36629**
Ersatzsicherungen 110 – 120V (10 Stk.)	**20083**
Ersatzsicherungen 220 – 240V (10 Stk.)	**19660**
Ofenoberteil aus Keramik	**34564**
Glasscheibe	**34236**
Metalldeckel für Heizbereich	**36569**
Glasbecher	**36110**
Papierhalter für Drucker Citizen IDP-562	**33751**
Papierrolle zu Drucker Citizen IDP-562	**28261**
Farbband zu Drucker Citizen IDP-562	**37303**
Papierrolle zu Drucker Citizen IDP-460	**38684**
Farbband zu Drucker Citizen IDP-460	**38683**

Tabelle 5: Ersatzteile

9 Anhang

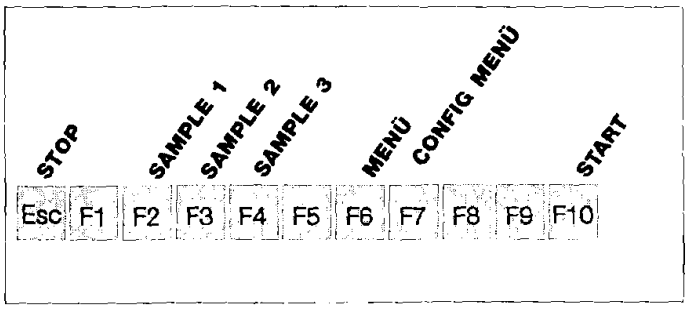


Bild 14: Funktionstasten-Belegung

9.1 Anschluss einer Tastatur

Zur vereinfachten Eingabe von Probennamen und Probenidentifikation empfehlen wir die Verwendung einer Tastatur. (z.B. Büchi Art.No. 29548).

Der Anschluss der Tastatur erfolgt über den Stecker für den Keyboardanschluss (Vergleiche Kapitel 5.1).

Die Funktionstasten-Reihe ist gemäss Bild 15 belegt.

9.2 Anschluss eines Druckers

Wir empfehlen einen Citizen Drucker des Typs IDP 460, Büchi Artikel Nr. 38697 bzw. 38698 zu verwenden. Der Anschluss eines Citizen IDP 460 Druckers erfolgt mittels Kommunikationskabel, welches im Lieferumfang des Druckers enthalten ist.

Der Anschluss aller Drucker erfolgt über die serielle RS 232 Schnittstelle, welche über das Kommunikationskabel mit dem Drucker verbunden wird (vgl. Kapitel 5.1).

Im Konfigurationsmenu des Schmelzpunktgerätes werden die passenden Druckereinstellungen angewählt. Die Schnittstelle wird durch das Schmelzpunktgerät automatisch richtig konfiguriert.

Zum Ausdruck der Messdaten können folgende Drucker verwendet werden:

- Citizen
- HP (Laserjet 3 oder kompatibel)
- EPSON (Lx 850 oder kompatibel)
- Seiko (Thermalprinter DPU 411II; im Menü unter EPSON)
- Canon (BJC-600; im Menü unter Epson)
- Star Micronics SP2000

9.3 Schnittstellenkonfiguration

Einstellmöglichkeiten der seriellen Schnittstelle:

Baudrate:	1200, 2400, 4800, 9600
Databits:	7 oder 8
Parity/Parität:	Even, Odd oder None (gerade, ungerade oder kein Stopbit)
Stopbits:	1 oder 2

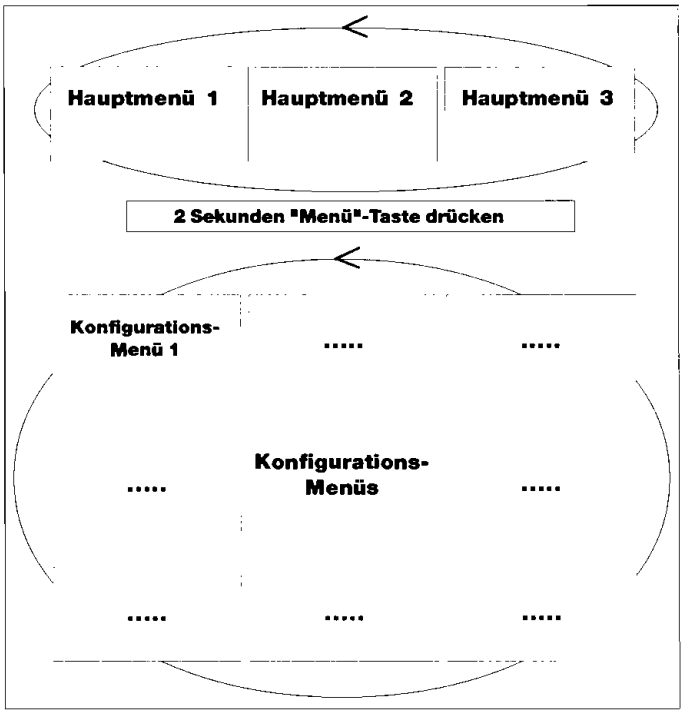


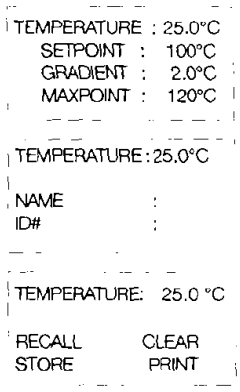
Bild 15: Menü-Baum

9.4 Menü-Baum

Der Menü-Baum des Melting Point B-545 lässt sich in 2 Hauptebenen unterteilen:

- 3 Hauptmenüs (Kapitel 9.5.1)
- 8 untergeordnete Konfigurationsmenüs (Kapitel 9.5.4)

9.4.1 Hauptmenüs 1-3



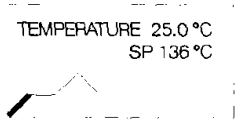
Aktuelle Temperatur
Einstellbereich: 25 - 400°C
Parameter: 0.1 / 0.2 / 0.5 / 1.0 / 2.0 / 3.0 / 5.0 / 10.0 / 20.0
Automatisch; SETPOINT + 15°C oder variabel bis 410°C

Aktuelle Temperatur

Programm-Name (max. 15 Stellen)
Probenidentifikations-Nummer (max. 15 Stellen)

Aktuelle Temperatur
RECALL/CLEAR: Aufrufen/Löschen der gespeicherten Programme
STORE: Speichern des Programmes
PRINT: Ausdrucken der Messresultate auf dem Printer

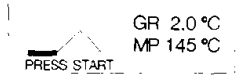
9.4.2 Heiz-/Kühlphase



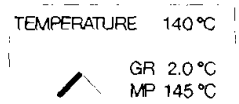
Schnelles Aufheizen (ca. 70°C/min.) auf SETPOINT.

SP = SETPOINT

SETPOINT erreicht. Weiterfahren mit der START-Taste.

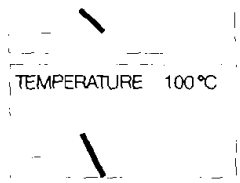


GR = GRADIENT
MP = MAXPOINT



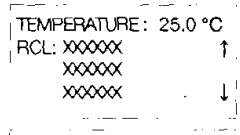
Langsames Aufheizen mit dem eingestellten Gradient, bis MAX-POINT; oder vorzeitiges Stoppen durch STOP-Taste. (manuell) / Autodetektion.
GR = GRADIENT
MP = MAXPOINT

Schnelles Abkühlen auf SETPOINT.

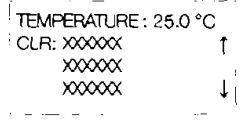


Schnelles Abkühlen auf Raumtemperatur.

9.4.3 Programmspeicher



RC = Recall = Aufrufen der gespeicherten Programme.



CLR = Clear = Löschen der gespeicherten Programme.

9.4.4 Konfigurationsmenüs

Deutsch	Französisch	Englisch
SCHWELLE : XXX%	SEUIL : XXX%	THRESHOLD : XXX%
EINST. TRANSM : XXX	REGLAGE TRANS.: XXX	ADJUST TRANS.: XXX
PHARMAKOPOE: XXX	PHARMACOPEE : XXX	PHARMACOPEIA: XXX
BEREICH : XXX	PLAGE : XXX	RANGE : XXX

Detektionsschwelle: (**10-90%**; Grundeinstellung: 40%)
Einstellung der Transmission: (**Ja/Nein**);Abgleich mit leeren Kapillaren
Ja = ohne thermodynamische Kompensation (Kapitel 3)
Nein = mit thermodynamischer Kompensation (Kapitel 3)

SCHWELLE : XXX% EINST. TRANSM.: XXX LEERE ROEHRCHEN EINSETZEN!	SEUIL : XXX% REGLAGE TRANS.: XXX INTRODUIRE CAPILL. VIDE!	THRESHOLD : XXX% ADJUST TRANS.: XXX INSERT EMPTY CAPILLARS!

Detektionsschwelle: Schmelzpunkt (10%-90%; Grundeinstellung 40%)
Schmelzbereich (untere Schwelle: Grd. einst.)
(obere Schwelle: Grd. einst.)
(Grundeinstellung 1%, 90%)
Einstellung der Transmission: (Ja / Nein); Abgleich mit leeren Kapillaren
Pharmakopöe: Ja; ohne thermodynamische Kompensation (siehe Kapitel 3)
Nein; mit thermodynamischer Kompensation (sh. Kapitel 3)
Bereich: Ja: Bestimmung des Schmelzbereichs
Nein: Bestimmung des Schmelzpunkts

Transmissions-Justierung: (**Ja/Nein**)

SCHWELLE : XXX% EINST. TRANSM.: XXX LEERE ROEHRCHEN EINSETZEN! NOCHMALS!	SEUIL : XXX % REGLAGE TRANS.: XXX INTRODUIRE CAPILL. VIDE! ENCORE!	THRESHOLD : XXX % ADJUST TRANS.: XXX INSERT EMPTY CAPILLARS! AGAIN!

Kapillaren beim Einschalten des Gerätes immer entfernen.

ZEIT : XX:XX DATUM : XX.XX.XX NAME : XXXXX	HEURE : XX:XX DATE : XX.XX.XX NOM : XXXXX	TIME : XX:XX DATE : XX.XX.XX NAME : XXXXX

Zeit: 12 (AM/PM) und 24 Stunden-Uhr. HH =Stunden, MM =Minuten
Datum: DD = Tag, MM = Monat, YY = Jahr
Benutzername (max. 8 Stellen)

AUTO PRINT : XX GRAFIK : XXX DRUCKER : XXXXX TASTATUR : XX	IMPR. AUTO : XXX GRAPHIQUE : XXX IMPRIMANTER: XXXXX CLAVIER : XX	AUTOPRINT : XXX GRAPHIC : XXX PRINTER : XXXXX KEYBOARD : XX

Automatisches Drucken: (**Ja/Nein**)
Grafik: (**Ja/Nein**) Resultat-Druck mit/ohne Grafik
Drucker: - **CITIZEN** - **EPSON** (auch Canon und Seiko)
- **HP** - **STAR MICRONICS** - **KEIN**

Tastatur: - **GERMAN** - **USA**

RS232 C : XXXX XXX	RS232 C : XXXX XXX	RS232 C : XXXX XXX

Serielle Schnittstelle zur PC-Verbindung.
Baudraten: **1200 / 2400 / 4800 / 9600 Baud**
Parität
Start / Stop Bit

KONTRAST : XXX % PIEPSER : XXX AUTO START : XXX DETEKTION : XXX	CONTRASTE : XXX % BUZZER : XXX START AUTO : XXX DETECTION : XXX	CONTRAST : XXX % BUZZER : XXX AUTOSTART : XXX DETECTION : XXX

Kontrast: **10-90%** (Grundeinstellung 50%)
Piepser: **Ein / Aus** (Bei Start und Ende des Bestimmungsvorgangs)
Autostart: **Ja / Nein** (Phase "PRESS START" wird übersprungen)
Detektion: **Ja / Nein** (Ein-, bzw. Ausschalten der Automatik)

ZEIT : HH:MM DATUM : DD:MM:YY EINHEIT : °X SPRACHE : DEUTSCH	HEURE : HH:MM DATE : DD:MM:YY UNITE : °X LANGAGE : FRANCAIS	TIME : HH:MM DATE : DD:MM:YY UNIT : °X LANGUAGE: ENGLISH

Zeit: 12 (AM/PM) und 24 Stunden-Uhr. HH =Stunden, MM =Minuten
Datum: DD = Tag, MM = Monat, YY = Jahr
Temperatureinheit: **°C** oder **F°** wählbar
Sprache: **Deutsch** (Grundeinstellung), **English**, **Français**

SW-VER. : VX.XX LETZ. KAL. : XX.XX.XX	SOFT. VER. : VX.XX DERNIER CAL : X.XX.XX	SW-VER. : VX.XX LAST CAL : XX.XX.XX

Software-Version
Letzte Kalibration

KALIBRATION INTERVALL : XX MONATE PASSWORT :	CALIBRATION INTERVAL : XX MOIS PASSWORD:	CALIBRATION INTERVAL : XX MONTH PASSWORD :

Kalibrationsfenster:
Kalibrations-Intervall: **1** bis **36 Monate**.
Passwort (für die Kalibration mit Eichsubstanzen; sh. Kapitel 6.3).

CAL: 83°C +X.X +X.X °C 136°C +X.X +X.X °C 237°C +X.X +X.X °C SPEICHERN KAL : XXX	CAL: 83°C +X.X +X.X °C 136°C +X.X +X.X °C 237°C +X.X +X.X °C MEMORISER CAL: XXX	CAL: 83°C +X.X +X.X °C 136°C +X.X +X.X °C 237°C +X.X +X.X °C STORECALIBRATION:XXX

Empfohlen werden jeweils 3 Kalibriersubstanzen:
Vanillin, Phenacetin, Koffein
Mittlere Spalte: Zeigt die aktuelle Korrektur an.
Rechte Spalte: Neue Korrekturen eingeben (siehe Kapitel 6.3).

05.09.95 WIRD ALS KAL. DATUM GESETZT. WIRKLICH : XXX GEMACHT. KAL. PRUEFEN	05.09.95 DATE DE CAL. CONFIRMER LA CALIBRATION: XXX VERIFIER LA CAL.	05.09.95 WILL BE THE NEW CALIBRATION DATE. REALLY STORE : XXX DONE. VERIFY CAL.

Speicherung der Korrekturfaktoren: (**Ja/Nein**)

Überprüfung der Kalibration mit den empfohlenen Parametern (siehe Kapitel 6.3).

9.4.5 Fehlermeldungen

TEMPERATURE : XXX.X°C MEMORY EMPTY ! PRESS ENTER	Leerer Speicher, keine Einträge vorhanden.
TEMPERATURE : XXX.X°C NAME EXIST ALREADY PRESS ENTER	Programmname besteht bereits. Neuen Namen wählen.
TEMPERATURE : XXX.X°C NO NAME - NOT STORED! PRESS ENTER	Programm wurde nicht gespeichert, da kein Name eingegeben wurde.
TEMPERATURE : XXX.X°C MEMORY FULL ! PRESS ENTER	Speicher voll. Programme löschen um Speicherplatz zu schaffen.
TEMPERATURE : XXX.X°C NO PRINTER SELECTED PRESS ENTER	Es wurde kein Drucker angewählt. (Konfigurationsmenü)
STORED DATA LOST PLEASE CHECK BATTERY AND SET TIME AND DATE	Prüfen Sie die Batterie (Lithium-Zelle im Gerät) und stellen Sie Zeit und Datum neu ein.
CALIBRATION INTERVAL EXCEEDED! LAST CAL.: XX.XX.XX	Kalibrationsintervall wurde überschritten. (Menütaste lang drücken, um weiterarbeiten zu können) Letzte Kalibration.
CALL SERVICE ERROR: 001/099	Gerät über Hauptschalter ganz ausschalten. Starttaste gedrückt halten und Gerät wieder einschalten. Kundendienst kontaktieren (siehe Kapitel 6.4).

9.5 Print-Out

9.5.1 Print-Out einer Schmelzpunktbestimmung

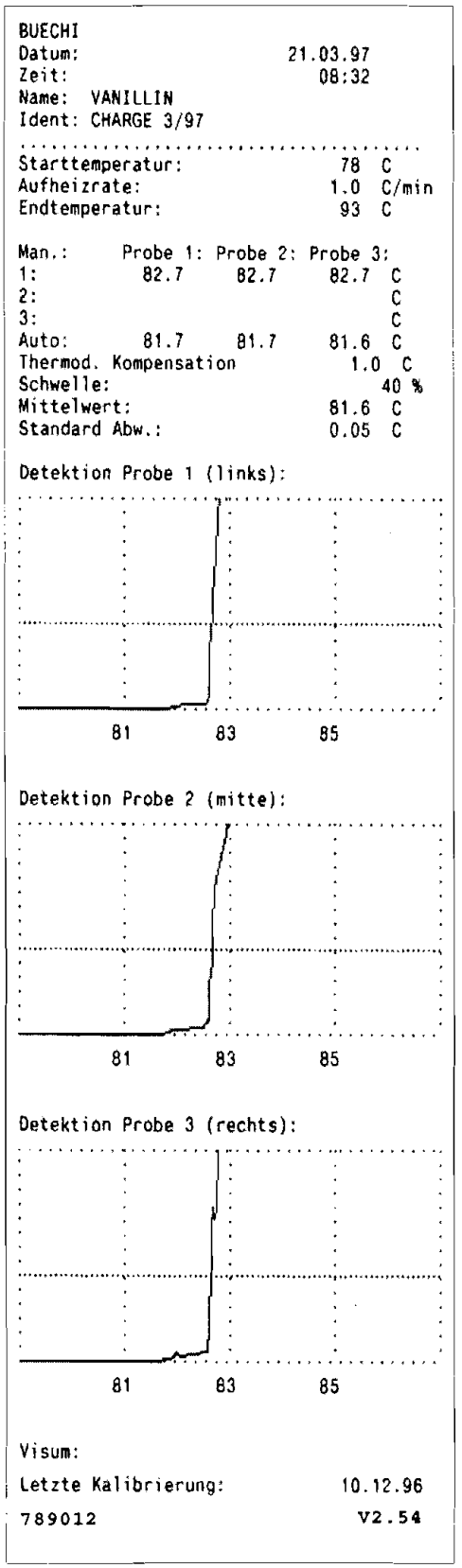


Bild 16: Print-Out einer Schmelzpunktbestimmung

Was	Eingabe/Änderung
Firmenname	Konfigurations-Menü 2
Datum der Bestimmung	Konfigurations-Menü 2
Methodenname	Hauptmenü 2
Identifikation der Bestimmung	Hauptmenü 2
Starttemperatur der Bestimmung	Hauptmenü 1
gew. Aufheizrate bei der Bestimmung	Hauptmenü 1
Endtemperatur der Bestimmung	Hauptmenü 1
Manuell (visuell) bestimmte Schmelzpunkte pro Kapillare Automatisch ermittelte Schmelzpunkte pro Kapillare	
Firmenseitige Anpassung zur Thermodynam. Kompensation	
Transmissionsschwelle für die Automatische Schmelzpunkterkennung	Konfigurations-Menü 1
Mittelwert der 3 automatisch ermittelten Schmelzpunkte	
Standardabweichung der 3 automatisch ermittelten Schmelzpunkte	
Grafische Darstellung der Transmission in der 1. Kapillare	Konfigurations-Menü 3
Grafische Darstellung der Transmission in der 2. Kapillare	Konfigurations-Menü 3
Grafische Darstellung der Transmission in der 3. Kapillare	Konfigurations-Menü 3
Unterschrift des Durchführenden Datum der letzten Kalibrierung Fabrikationsnummer und Softwareversion	

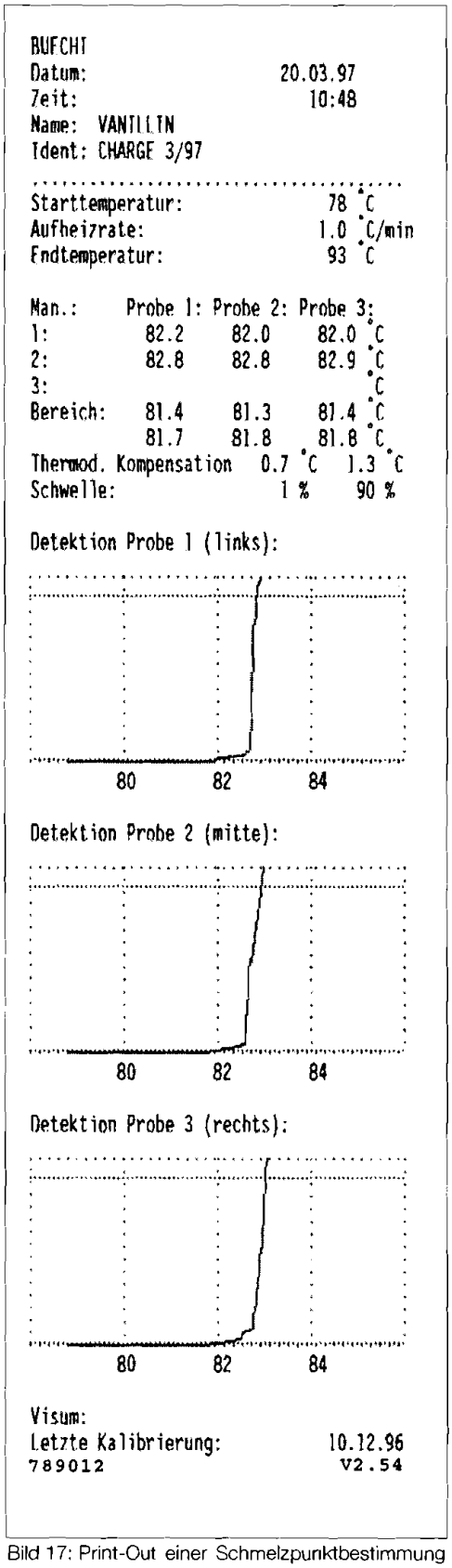


Bild 17: Print-Out einer Schmelzpunktbestimmung

9.5.2 Print-Out einer Bestimmung des Schmelzbereichs

Was	Eingabe/Änderung
Firmenname	Konfigurations-Menü 2
Datum der Bestimmung	Konfigurations-Menü 2
Methodenname	Hauptmenü 2
Identifikation der Bestimmung	Hauptmenü 2
Starttemperatur der Bestimmung	Hauptmenü 1
gew. Aufheizrate bei der Bestimmung	Hauptmenü 1
Endtemperatur der Bestimmung	Hauptmenü 1
Manuell (visuell) bestimmte Schmelzbereiche pro Kapillare	
Automatisch ermittelte Schmelzbereiche pro Kapillare	
Methode Pharmakopoe (Bestimmung auch thermodynamisch möglich)	
Untere und obere Transmissionsschwelle für die automatische Schmelzbereichserkennung	Konfigurations-Menü 1
Grafische Darstellung der Transmission in der 1. Kapillare	Konfigurations-Menü 3
Grafische Darstellung der Transmission in der 2. Kapillare	Konfigurations-Menü 3
Grafische Darstellung der Transmission in der 3. Kapillare	Konfigurations-Menü 3
Unterschrift des Durchführenden	
Datum der letzten Kalibrierung	
Fabrikationsnummer und Softwareversion	

9.6 Fehlermeldungen

Störung	**Ursache**	**Behebung**
STORED DATA LOST PLEASE CHECK BATTERY AND SET TIME AND DATE	Kapazität der Batterie erschöpft	Die Taste Menü drücken. Neue Batterie bestellen und durch techn. Service einbauen. Datum und Zeit neu programmieren.
KALIBRATION INTERVAL EXCEEDED! LETZ KAL: XX:XX	Gewählte Kalibrationszeit ist abgelaufen.	Die Taste Menü lang drücken. Kalibration des Gerätes durchführen. (siehe Kap. 6, Wartung)
Citizen-Drucker druckt nicht aus	Konfiguration	Taste SEL auf Drucker muss bei jedem Einschalten des Druckers betätigt werden.
CALL SERVICE ERROR 001/099	Defekt im Gerät	Gerät über Hauptschalter ganz ausschalten. Starttaste drücken. Gerät einschalten und Starttaste gedrückt halten.
falsche Schmelzpunkte	falsche Transmission Kalibrierung	Kapillaren beim Einschalten des Gerätes immer entfernen. Kalibrierung des Gerätes durchführen.

Tabelle 6: Fehlermeldungen

9.7 Technische Daten

Geräteabmessungen, (Breite x Höhe x Tiefe)	170 x 210 x 340 mm
Verpackungsabmessungen (Breite x Höhe x Tiefe)	340 x 390 x 580 mm
Gewicht	5.4 kg
Temperaturbereich	30 °C – 400 °C
Abkühlrate 350 °C–50 °C	max. 10 min.
Aufheizgeschwindigkeit 50 °C–350 °C	max. 5 min.
Messgenauigkeit bis 100 °C	+/– 0.3 °C
Messgenauigkeit bis 250 °C	+/– 0.5 °C
Messgenauigkeit bis 400 °C	+/– 0.8 °C
Temperaturrampen	0.1/0.2/0.5/1/2/3/5/10/20 °C/min
Netzspannung	100 bis 120V/50 oder 60Hz
	220 bis 230V/50 oder 60Hz
Leistungsaufnahme	ca. 200 W
Stromaufnahme	2 A (100 bis 120V) / 1 A (220 bis 230V)
Datenerhalt bei Stromausfall	Gerätestatus wird gespeichert
	Neustart erforderlich
Umgebungstemperatur	5–40 °C

Tabelle 7: Technische Daten

9.8 Verwendete Materialien

Bezeichnung		**Material**	**Materialcode**
Linsenhalter		Grilamid	PA 12
Blende		Grilamid	PA 12
Distanzring		Polyamid	PA 6
Kragen		Arosten	PBT
Printhalter		Arosten	PBT
Heizoberteil		Keramik	
Heizblech		Aluminium	ALMGSI 1
Distanzhalter		PEEK	
Gehäuse		Stahlblech	ST 12
Axiallüfter	Gehäuse:	Aluminium	
	Propeller:	Ultem 254	
Linse		Glas	
Kegelgriff		Duroplast	
Apparatefuss		Naturkautschuk	NR
Isolationsdeckel		Saproplan	

Tabelle 8: Materialien

9.9 Konformitätserklärung

Wir **Büchi** Labortechnik AG
Postfach, CH-9230 Flawil
Switzerland

erklären in alleiniger Verantwortung, dass das Produkt:
BÜCHI Melting Point **B-540 / B-545**

auf das sich diese Erklärung bezieht, mit den folgenden Normen übereinstimmt:

EN 61010-1:1993 (~ IEC 1010-1, VDE 0411-1)
Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte: Allgemeine Anforderungen

EN 50014:1993
Grenzwerte und Messverfahren für Funkstörungen von Geräten mit elektromotorischem Antrieb und Elektrowärmegeräten für den Hausgebrauch und ähnlichen Zwecken, Werkzeugen und ähnlichen Elektrogeräten

EN 50082-1:1992
Elektromagnetische Verträglichkeit - Fachgrundnorm Störfestigkeit: Wohnbereich, Geschäfts- und Gewerbebereich, sowie Kleinbetriebe

EN 60555-2:1987 (~ IEC 555-2)
Rückwirkungen in Stromversorgungsnetzen, die durch Haushaltsgeräte und durch ähnliche elektrische Einrichtungen verursacht werden: Oberschwingungen

EN 60555-3:1987 (~ IEC 555-3)
Rückwirkungen in Stromversorgungsnetzen, die durch Haushaltsgeräte und durch ähnliche elektrische Einrichtungen verursacht werden: Spannungsschwankungen

Gemäss den Bestimmungen der EU-Richtlinie:
73/23/EWG (Elektrische Betriebsmittel/Niederspannungsrichtlinie)
89/336/EWG (elektromagnetische Verträglichkeit)

Flawil, 10. Dezember 2001

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
9230 Flawil
Schweiz

Tel +41 (0)71 394 63 63
Fax +41 (0)71 394 65 65
buchi@buchi.com
www.buchi.com

Guido Worch
Qualitymanager